

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА імені О. М. БЕКЕТОВА**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

до виконання лабораторних робіт  
з дисципліни

**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ**

*(для студентів 1-2 курсів денної та заочної форм навчання за напрямом  
підготовки 6.060103 – Гідротехніка (водні ресурси))*

**Харків  
ХНУМГ ім. О. М. Бекетова  
2016**

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналітична хімія» (для студентів 1-2 курсів денної та заочної форм навчання за напрямом підготовки 6.060103 – Гідротехніка (водні ресурси)) / Харків. нац. ун-т міськ. госп-ва ім. О. М. Бекетова ; уклад. : О. О. Мураєва, І. С. Зайцева, Т. Д. Панайотова. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2016. – 53 с.

Укладачі: канд. хім. наук **О. О. Мураєва**,  
канд. хім. наук **І. С. Зайцева**,  
канд. хім. наук **Т. Д. Панайотова**

Рецензент: **К. Б. Сорокіна** кандидат технічних наук, доцент кафедри водопостачання, водовідведення і очистки вод Харківського національного університету міського господарства імені О. М. Бекетова

*Рекомендовано кафедрою хімії, протокол № 1 від 27.08.15*

## ЗМІСТ

|                                |  |    |
|--------------------------------|--|----|
| <b>Вступ</b>                   | .....  | 4  |
| <b>Лабораторна робота № 1</b>  | <b>Загальні правила роботи і техніка безпеки для працюючих у хімічній лабораторії. Хімічний посуд.....</b> | 5  |
| <b>Лабораторна робота № 2</b>  | <b>Метод нейтралізації. Приготування і стандартизація робочих розчинів.....</b>                            | 11 |
| <b>Лабораторна робота № 3</b>  | <b>Визначення кислотності та лужності води.....</b>  | 16 |
| <b>Лабораторна робота № 4</b>  | <b>Визначення вмісту різних форм карбонатної кислоти у воді.....</b>                                       | 20 |
| <b>Лабораторна робота № 5</b>  | <b>Визначення карбонатної твердості води.....</b>  | 26 |
| <b>Лабораторна робота № 6</b>  | <b>Приготування і стандартизація робочих розчинів у комплексонометрії.....</b>                             | 28 |
| <b>Лабораторна робота № 7</b>  | <b>Визначення загальної твердості води, вмісту іонів кальцію і магнію.....</b>                             | 29 |
| <b>Лабораторна робота № 8</b>  | <b>Визначення вмісту сульфат-іонів у воді.....</b>   | 34 |
| <b>Лабораторна робота № 9</b>  | <b>Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі аргентометрії.....</b>                          | 37 |
| <b>Лабораторна робота № 10</b> | <b>Визначення вмісту хлорид-іонів у воді методом Мора.....</b>   | 38 |
| <b>Лабораторна робота № 11</b> | <b>Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі перманганатометрії .....</b>                    | 41 |
| <b>Лабораторна робота № 12</b> | <b>Визначення перманганатної окислюваності води методом Кубеля).....</b>                                   | 43 |
| <b>Лабораторна робота № 13</b> | <b>Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі йодометрії.....</b>                             | 45 |
| <b>Лабораторна робота № 14</b> | <b>Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера.....</b>   | 47 |
| <b>Лабораторна робота № 15</b> | <b>Визначення вмісту вільного залишку хлору в воді....</b>   | 49 |

## Вступ

Ці методичні вказівки для виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналітична хімія» призначені для студентів 1-2 курсів денної і заочної форм навчання за напрямом підготовки 6.060103 – Гідротехніка (водні ресурси).

У вивченні аналітичної хімії значна увага приділяється лабораторному практикуму, який дає можливість студентам набути практичних навичок та вмінь при виконанні хімічного аналізу. В зв'язку із зростанням значення очистки вод у вирішенні проблеми охорони навколишнього середовища головну увагу майбутніх спеціалістів цього профілю необхідно зосередити на методах дослідження природних вод, а також виробничих і побутових стоків. Тому до методичних вказівок включені лабораторні роботи з аналізу води.

На початку кожної лабораторної роботи наведені контрольні питання і вправи, відповіді на які дозволяють студентам удосконалити своє розуміння теоретичних і практичних знань з відповідних методів аналізу.

Лабораторні роботи студенти виконують протягом навчального семестру, а також під час навчально-виробничої практики з аналізу води. Вони також можуть використовуватися для індивідуальної науково-дослідної роботи студентів.

# ***Лабораторна робота № 1***

## ***Загальні правила роботи і техніка безпеки для працюючих у хімічній лабораторії. Хімічний посуд***

### **1.1 Загальні правила роботи й техніка безпеки**

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно суворо дотримуватися таких загальних правил безпеки:

1. Студенти обов'язково повинні працювати в халатах, вони зобов'язані підтримувати чистоту й порядок на робочому місці в лабораторії.

2. Слід точно дотримуватись порядку й послідовності операцій, вказаних у даних методичних вказівках. Не дозволяється приступати до виконання лабораторної роботи доти, доки студент не опанує всієї техніки її проведення.

3. Склянки з реактивами загального користування повинні знаходитись на визначеному місці; забороняється їх переносити на робочі столи. Слідкуйте за тим, щоб на всіх банках з реактивами були етикетки з написом назви речовини та її концентрації. Перед і після використання скляного посуду, його слід ретельно вимити.

4. Працювати в лабораторії слід обережно, не проливати і не просипати реактиви. Надлишки реактивів суворо забороняється зсипати чи зливати назад у склянку з чистими реактивами.

5. Досліди з легкозаймистими, леткими, вогненебезпечними, токсичними речовинами, або речовинами, які мають неприємний запах, слід проводити подалі від відкритого полум'я і у витяжній шафі.

6. Забороняється зливати в раковину залишки кислот, лугів, вогненебезпечні рідини й рідини з сильним запахом; їх треба зливати в спеціальні склянки.

7. Категорично забороняється пробувати на смак або запах хімічні речовини, або пити воду з хімічного посуду.

8. Забороняється під час нагрівання рідин і твердих речовин у пробірках спрямовувати їх отвором на себе, або в бік студентів, які знаходяться поряд; забороняється нахилитись над склянками, або заглядати в пробірку зверху, щоб уникнути нещасного випадку в разі можливого викиду нагрітої речовини або уламків скла.

9. Прилади, які необхідно нагрівати, або з яких будуть виділятися гази не слід залишати закритими.

10. Категорично забороняється вмикати без дозволу викладача будь-які прилади й рубильники.

11. При всіх роботах, коли можливе розбризкування їдких речовин (переливання кислот, лугів, або подрібнення чи розтирання в ступках, сплавлення та ін.) необхідно одягати захисні окуляри.

12. Для попередження бурхливого закипання і викиду рідини, яка нагрівається до кипіння, необхідно користуватись «кипільками» (шматочками

подрібненого фарфору або скляні кільки). «Кипілки» забороняється додавати в нагріту до кипіння рідину, їх слід вносити тільки в холодну рідину.

13. Під час розведення концентрованих кислот, особливо сульфатної, слід лити її у воду, а не навпаки.

14. У разі виникнення непорозумінь стосовно виконання дослідів лабораторної роботи необхідно припинити роботу й звернутися до викладача.

15. На робочому місці категорично забороняється вживати їжу та пити воду. Після закінчення роботи необхідно як слід вимити руки.

16. По закінченню роботи необхідно привести в порядок своє робоче місце.

17. У разі нещасного випадку слід негайно звернутися до викладача.

### **Техніка безпеки при роботі з газовими пальниками**

Під час використання газових пальників, слід пам'ятати, що газ є отруйною і вибухонебезпечною речовиною. Неправильне й неохайне поводження з газовими пальниками може спричинити отруєння, пожежу, вибух. Потрібно спершу запалити сірник, а потім відкрити кран надходження газу. Слідкуйте за тим, щоб газ не проскочив у середину пальника. Якщо газ або зникає, або стає подовженим і горіння супроводжується свистінням, то це означає, що горіння відбувається всередині гумової трубки, що може привести до її займання. В цьому випадку негайно закрийте кран, зачекайте, поки пальник охолоне, і лише після цього знову запалюйте його, попередньо зменшивши приток повітря. В разі появи запаху газу в лабораторії негайно повідомте про це керівника практики, загасіть вогонь, відчиніть двері й вікна, вийдіть з лабораторії!!!

### **Допомога при термічних і хімічних опіках**

У разі термічного опіку (полум'ям пальника або нагрітими предметами) уражене місце необхідно негайно протерти ватою, намоченою етиловим спиртом або розчином перманганату калію. В разі сильного опіку потрібно накласти стерильну пов'язку або накрити обпечене місце чистою тканиною і обов'язково звернутись до лікаря.

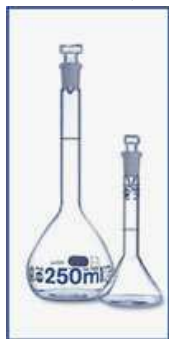
Концентровані кислоти (хлоридна, сульфатна, нітратна тощо) та луги (їдкий натр, їдкий калій) при потраплянні на шкіру або в очі можуть завдати дуже тяжкі хімічні опіки. При опіках шкіри кислотою уражене місце слід негайно промити великою кількістю води, потім 3–5%-ним розчином питної соди (гідрокарбонатом натрію) і знову ретельно промити водою. При потраплянні кислот або кислотної пари в очі, або до ротової порожнини, треба багаторазово промити їх струменем води, потім розчином питної соди та знову водою. При опіках шкіри їдкими лугами слід добре промити уражене місце водою (до зникнення відчуття слизькості), а потім 3-5%-вим розчином оцтової (або борної) кислоти. В разі опіку очей лугом треба їх промивати під струменем води не менше 15 хвилин і негайно звернутися до лікаря.

## 1.2 Хімічний посуд

В аналітичних лабораторіях найбільш поширене застосування має мірний посуд (мірній конічні колби, бюретки, піпетки, мірні циліндри, стакани й мензурки тощо), який має певні функції та особливості в роботі.

Мірні колби (рис.1) – плоскодонні колби з подовженим, вузьким горлом, на яке нанесена кругова позначка. Об'єм розчину до кругової позначки визначає місткість мірної колби.

На практиці використовують мірні колби місткістю 50, 100, 250, 500, 1000 мл. Мірні колби застосовують для приготування розчинів точної концентрації з фіксаналів або за точною наважкою речовини, а також для розбавлення розчинів. У мірних колбах категорично не дозволяється нагрівати й довгий час зберігати розчини, здійснювати хімічні реакції. При приготуванні розчину мірну колбу потрібно брати тільки за горло і обов'язково вище позначки, щоб не змінити температуру розчину. Розчин або воду наливають до



позначки таким чином, щоб вигнутий меніск рідини торкався позначки своєю нижньою частиною. При цьому позначка колби повинна знаходитися точно на рівні очей.

Рисунок 1 – Мірні колби



**Бюретки** (рис. 2) – градуйовані скляні трубки, що мають однаковий діаметр по всій довжині. Вони закріплюються вертикально на лабораторному штативі. В нижній частині бюретки мають скляний кран або гумову трубку зі скляною кулькою (або затискувачем), які з'єднані зі скляним капіляром для витоку розчину. Бюретки призначені для титрування або для вимірювання невеликих об'ємів розчинів у серійних аналізах. Найчастіше використовують бюретки місткістю 25, 50 мл з ціною поділки 0,1 мл. Таким чином, можна за допомогою бюретки виміряти об'єм з точністю до 0,03 мл, умовно поділяючи одну поділку бюретки на три частини.

Рисунок 2 – Бюретки

### Правила користування бюретками

1) бюретку влаштовують у штативі чітко вертикально за допомогою металевих лапок і спеціальних затискувачів;

2) перед початком роботи бюретку через лійку двічі –промивають дистильованою водою, потім – робочим розчином, яким будуть титрувати, і

тільки потім заповнюють робочим розчином до нульової позначки, контролюючи, щоб не було бульбашок повітря в скляному капілярі;

3) розчин з бюретки при титруванні додавати краплями, не допускаючи витікання струменем. Розчин у колбі, що титрують, обов'язково ретельно перемішувати;

4) при всіх відліках за бюреткою очі спостерігача повинні розташовуватися чітко на рівні меніска рідини.

**Піпетки** – скляні трубки з розширенням у середній частині – «піпетки з кулькою – піпетки Мора » (рис. 3, а). У верхній частині піпетки є одна кругова позначка, яка визначає її місткість (10, 25, 50, 100 мл), а її нижня частина



а



б

Рисунок 3 – Піпетки:

*а – піпетка Мора; б – градуйована піпетка*

витагнута в капіляр («носик» піпетки). Піпетка такої форми призначена для точного відбору проб розчинів певного об'єму (аліквот).

У лабораторній практиці застосовують також градуйовані піпетки (рис. 3, б).

Це градуйовані циліндричні скляні трубки з відтягнутим кінцем, які мають різні значення ціни поділки. Такі піпетки використовують, як правило, для допоміжних операцій.

Правила користування піпетками:

1) піпетка повинна бути чистою;

2) носик піпетку занурюють у стаканчик з розчином і всмоктують його за допомогою резинові гриші;

3) як тільки розчин у піпетці підніметься вище позначки, гришу швидко від'єднують від піпетки й швидко затуляють верхній отвір піпетки вказівним пальцем;

4) тримаючи вертикально над стаканчиком піпетку, її встановлюють таким чином, щоб позначка піпетки знаходилася на рівні очей, трохи послаблюють тиск вказівного пальця, щоб розчин почав поступово витікати в стаканчик доти, доки нижній меніск розчину не торкнеться позначки, після чого припиняють витікання розчину;

5) вводять носик піпетки до колби або склянки, куди потрібно перенести порцію розчину (не торкаючись стінок посудини) і зливають розчин;

6) при зливанні всього розчину категорично не дозволяється видувати з кінчика піпетки утримувану капілярними силами краплю розчину, тому що піпетка градуйована на вільний злив. Після того, як розчин стече з піпетки, торкаються піпеткою до горла колби (склянки) і ще 5–10 сек. чекають. Конічні колби (рис. 4) – плоскодонні конічні колби місткістю 200–500 мл. Ці колби



завжди використовують при титруванні. В них вміщують піпеткою певний об'єм проб води або інших розчинів.



**Конічні колби** (рис. 4) – плоскодонні конічні колби місткістю 200 – 500 мл. Ці колби завжди використовують при титруванні. В них вміщують піпеткою певний об'єм проб води або інших розчинів.

Рисунок 4 – Конічні колби

**Мірні градуйовані циліндри** (рис.5) й **мензурки** (рис.6)

використовуються для грубого відмірювання об'єму рідини, існують різної ємкості: 5, 10, 25, 50, 100, 150, 250, 500, 1000 і 2000 мл.



Рисунок 5 – Мірний циліндр

Рисунок 6 – Мензурка

**Хімічні стакани** (рис. 7) бувають різної ємкості ( від 50 до 1000 мл), їх використовують для допоміжних робіт з водними розчинами й органічними рідинами.

**Крапельниці** (рис. 8) використовують для дозування індикаторів і повільного додавання реагенту до реакційної суміші.



Рисунок 7 – Хімічні стакани; Рисунок 8 – Крапельниця; Рисунок 9 – Бюкс; Рисунок 10 – Лійка

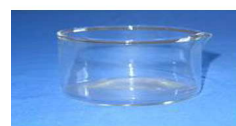
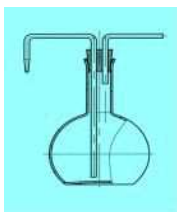


Рисунок 11 – Промивалка

Рисунок 12 – Ексикатор

Рисунок 13 – Кристалізатор

**Бюкс** – стаканчик з притертою пробкою (рис. 9) використовують для зважування, висушування і зберігання речовин.

**Лійка лабораторна** (рис. 10) використовують для переливання рідин або їх фільтрування крізь паперові фільтри.

**Промивалка** (рис. 11) призначена для промивання осадів, посуду й приготування розчинів.

**Ексикатор** (рис. 12) – посуд, у якому підтримують певну вологість повітря (звичайно близьку до нуля), виготовлений з товстого скла. Використовують для повільного висушування за кімнатної температури й зберігання гігроскопічних сполук.

**Кристалізатор** (рис. 13) – тонкостінний плоскодонний скляний посуд для перекристалізації речовин; застосовують у лабораторній практиці.

### Миття хімічного посуду

Хімічний посуд перед проведенням дослідів обов'язково необхідно ретельно вимити. Посуд вважається чистим, якщо після виливання з нього води на внутрішній поверхні посуду не залишається крапель.

Новий або мало забруднений посуд достатньо вимити водою з додаванням до неї будь-якого миючого засобу, промити декілька разів водопровідною водою і ополоснути дистильованою водою.

Для миття забрудненого скляного посуду використовують наступні миючі засоби:

1. **Розчин соди**  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Рекомендують використовувати гарячий 30-40 % розчин  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Після миття посуд промивають декілька разів водопровідною і ополіскують дистильованою водою.

2. **Хромово суміш** – дуже ефективний миючий розчин. Рецептів приготування хромової суміші багато, наприклад: дихромат калію – 60 г, концентрована сульфатна кислота 80 мл, вода – 270 мл). Забруднений посуд заповнюють на 1/3 – 1/4 хромовою сумішшю, обертальними рухами змочують усі стінки посуду, залишають стояти 1–2 хв. Після чого зливають хромову суміш назад у склянку (ні в якому разі не у водопровідну раковину!), посуд дуже ретельно промивають водопровідною водою, а потім 2 – 3 рази ополіскують дистильованою.

Сушити скляний посуд потрібно не завжди. Вимитий посуд часто достатньо перевернути до гори дном і дати воді збігти. Хімічний посуд ніколи не витирають рушником зсередини. В разі потреби висушування скляного посуду, це роблять у сушильній шафі (окрім мірного посуду, котрий забороняється висушувати нагріванням). Використовувати висушений в шафі посуд можна тільки після повного його остигання і прийняття температури приміщення.

## **Лабораторна робота № 2**

### **Метод нейтралізації. Приготування і стандартизація робочих розчинів**

#### **2.1 Самостійна підготовка**

##### **Запитання і задачі**

1. У чому суть методу нейтралізації, яка реакція лежить у його основі ?
2. Які речовини можна визначити методом нейтралізації і чому? Наведіть приклади.
3. Які робочі розчини використовують у методі нейтралізації? Якої концентрації їх готують і чому?
4. Які речовини використовують як вихідні, які вимоги до них ставляться?
5. Які індикатори використовують у методі нейтралізації? Що таке інтервал переходу й показник титрування індикатора?
6. На чому ґрунтується вибір індикатора, яке значення при цьому має стрибок рН на кривій титрування?
7. Скільки мілілітрів 37%-вого розчину  $\text{HCl}$  (густиною  $1,19 \text{ г/см}^3$ ) потрібно взяти, щоб приготувати 200 мл 0,1Н розчину  $\text{HCl}$ ?
8. Скільки мілілітрів 2Н розчину  $\text{NaOH}$  потрібно взяти, щоб приготувати 500 мл 0,1Н розчину  $\text{NaOH}$ ?
9. Скільки грамів  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  необхідно взяти для приготування 500 мл 0,1Н розчину. Для чого використовують цей розчин ? Напишіть рівняння реакції.
10. На титрування 20 мл 0,1Н розчину  $\text{NaOH}$  пішло 25 мл розчину  $\text{HCl}$ . Визначити молярну та нормальну концентрації розчину  $\text{HCl}$ , кількість грамів  $\text{HCl}$ , що міститься в 1 л цього розчину.

#### **2.2 Робота в лабораторії**

##### **Посуд і реактиви**

1. Хлоридна кислота  $\text{HCl}$  (конц.).
2. Хлоридна кислота (фіксанал).
3. Тетраборат натрію  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (бура).
4. Гідроксид натрію  $\text{NaOH}$  (ч.д.а.).
5. Індикатори: метиловий жовтогарячий і фенолфталеїн – 0,1% - товi розчини.
6. Бюретка місткістю 25 мл.
7. Колби мірні (250, 500, 1000 мл).
8. Конічна колба місткістю 250 мл.
9. Піпетки місткістю 10, 20 мл.

## 2.3 Приготування і стандартизація робочих розчинів

В якості робочих розчинів у методі нейтралізації використовують: розчини кислот (найчастіше 0,1 М або 0,05 М розчин HCl) і розчини лугів (найчастіше 0,1 М або 0,05 М розчин NaOH).

### 2.3.1 Приготування і стандартизація 0,1 М розчину HCl

#### а) приготування 0,1 М розчину HCl з фіксаналу

Фіксанали (стандарт – титри) — це запайні в скляні ампули точно зважені маси твердих або точно відміряні об'єми рідких речовин, необхідні для приготування виключно 1 л розчину певної концентрації (наприклад, 0,1 М або 0,05 М тощо). Щоб приготувати 0,1 М розчин HCl з фіксаналу, ампулу старанно вимивають і витирають. У мірну колбу на 1 л вставляють лійку з вкладеним у неї бойком таким чином, щоб довгий кінець його ввійшов у трубку лійки, а короткий (гострий) був направлений догори. Дно вимитої ампули пробивають гострим кінцем бойка в лійці. Другим бойком пробивають верхню поверхню ампули і сильним струменем води повністю вимивають вміст ампули в колбу. Потім ретельно перемішують отриманий розчин і доводять його дистильованою водою до мітки 1 л. Отриманий розчин переливають у чисту склянку і наносять на неї маркування (концентрація, дата).

#### б) приготування ~ 0,1 М розчину HCl з наявної кислоти

У випадку відсутності фіксаналу, приймаючи до уваги леткість і токсичність хлоридної кислоти, її розчин готують наступним чином:

1) розраховують, яка кількість грамів HCl повинна міститися в 1 л 0,1М розчину:  $m(\text{HCl}) = C(\text{HCl}) \times M(\text{HCl}) \times V_p = 0,1 \cdot 36,46 \cdot 1 = 3,645 \text{ г};$

2) оскільки чистої хлоридної кислоти не існує, то для подальших розрахунків визначають густину наявної хлоридної кислоти. Її виміряють ареометром, для чого останній занурюють у циліндр з кислотою, а потім за таблицею (див. Довідник хіміка) знаходять її відсоткову концентрацію за знайденою густиною кислоти;

3) розраховують, у якій кількості кислоти, що є в лабораторії, міститься потрібне число грамів чистої HCl;

4) оскільки зважувати кислоту незручно, то перераховують її масу на об'єм  $V$ , виходячи із співвідношення  $V = m/\rho$ , (де  $m$  – маса кислоти, г;  $\rho$  – густина кислоти, г/см<sup>3</sup>);

5) відміряють знайдений об'єм кислоти циліндром або піпеткою, розводять дистильованою водою до 1 л у мірній колбі і ретельно перемішують отриманий розчин. Розчин переливають у чисту склянку, наносять маркування (концентрація, дата).

#### в) стандартизація приготованого ~ 0,1 М розчину HCl

Стандартизацію розчину HCl проводять за первинним розчином бури ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), який був приготовлений з фіксаналу. Концентрація цього

розчину:  $C(1/2 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/л. В основі стандартизації лежить наступна реакція:



Молярну концентрацію хлоридної кислоти встановлюється титруванням розчину бури з метиловим жовтогарячим 0,1М розчином хлоридної кислоти.

### Хід визначення

1. Приготований розчин хлоридної кислоти наливають через лійку в ретельно вимиту бюретку, яку перед тим ополіскують невеликими порціями розчину (для виведення залишків води) вище нульової позначки. Заповнюють розчином носик бюретки, витиснувши з нього повітряні бульбашки. Потім знімають лійку і встановлюють нижній край меніска розчину хлоридної кислоти на нульовій позначці.

2. Виконуючи всі правила, переносять піпеткою, яку двічі ополіскують розчином бури, в чисту конічну колбу 10 або 20 мл розчину бури, не видуваючи останню краплю з піпетки, а знімаючи її дотиком кінця піпетки до внутрішньої стінки колби для титрування, додають 2 – 3 краплини метилового жовтогарячого, після чого колбу підставляють під бюретку таким чином, щоб кінець бюретки ввійшов у колбу на 1–2 см, і починають титрування, поклавши заздалегідь під колбу білий аркуш паперу. Титрування проводять, підтримуючи колбу правою рукою, а лівою, відкриваючи кран бюретки, обережно невеликими порціями доливають хлоридну кислоту, при цьому вміст колби безперервно перемішують плавними обертальними рухами.

Титрування вважають закінченим у той момент, коли забарвлення індикатора в розчині перейде (від додавання однієї краплі хлоридної кислоти) з жовтого в жовтогаряче ( $\text{pH} = 4$ ).

Під час титрування зручно користуватися «свідком». Для цього в окрему колбу відміряють циліндром 50 мл дистильованої води, додають 1-2 краплини, метилового жовтогарячого, а з бюретки – 1 краплину розчину хлоридної кислоти. Розчин повинен мати помітне жовтогаряче забарвлення. При користуванні «свідком» титрування закінчують, коли розчин прийме колір «свідка». Визначають за бюреткою (з точністю до сотих мілілітра) об'єм розчину кислоти, витраченої на титрування і занотовують дані в журнал.

Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл, причому кожного разу рівень розчину в бюретці треба встановлювати на нуль, а при відліку стежити за тим, щоб око було на рівні меніску. Отримані результати занотовують у вигляді таблиці:

| Номер досліду | Об'єм (мл) розчину бури, взятого на титрування | Концентрація бури, моль/л | Об'єм (мл) розчину HCl, витраченого на титрування | Концентрація HCl, моль/л |
|---------------|--|---------------------------|---|--------------------------|
| 1.            |  |                           |   |                          |
| 2.            |  |                           |   |                          |
| 3.            |  |                           |   |                          |

Знаходять середнє значення об'ємів хлоридної кислоти, витрачених на титрування, враховуючи тільки результати, що сходяться, і визначають її концентрацію із співвідношення:

$$C(1/2\text{бури}) \cdot V(\text{бури}) = C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}),$$

де  $C(1/2\text{бури})$  – молярна концентрація еквівалента бури, моль/л;

$C(\text{HCl})$  – молярна концентрація хлоридної кислоти, моль/л;

$V(\text{бури})$  і  $V(\text{HCl})$  – об'єми відповідних розчинів, мл.

Отже остаточно

$$C(\text{HCl}) = \frac{C(1/2\text{бури}) \cdot V(\text{бури})}{V(\text{HCl})}, \quad \text{моль/л.}$$

### 2.3.2 Приготування і стандартизація ~ 0,1 М робочого розчину лугу

У методі нейтралізації в якості розчинів лугів використовують зазвичай 0,1 М розчин гідроксиду натрію. Оскільки NaOH енергійно реагує з CO<sub>2</sub> повітря, утворюючи на поверхні реактиву карбонати, та є гігроскопічним, то його розчин готують швидко, за приблизною наважкою.

#### а) приготування ~ 0,1 М розчину NaOH за наважкою

Для приготування 1 л 0,1 М розчину гідроксиду натрію наважка NaOH повинна бути 4 г ( $m(\text{NaOH}) = 0,1 \cdot 40 \cdot 1 = 4$  г), але замість розрахованих 4 г NaOH беруть 5–6 г. Наважку зважують швидко на технічних вагах у закритому бюксі. Після чого висипають її в склянку і ополіскують 2–3 рази малими порціями води. Промитий їдкий натр вміщують у калібровану на 1 л колбу, доливають невелику кількість води, а коли реактив повністю розчиниться, дають розчину охолонути і доводять об'єм розчину дистильованою водою до позначки. Ретельно перемішують і переливають у чисту склянку. Наносять маркування (концентрація, дата).

**б) приготування робочого ~0,1 М розчину NaOH методом розведення з 1 М розчину NaOH** 1М розчин NaOH готують заздалегідь, виходячи з того, що для приготування, наприклад, 1 л цього розчину потрібна наважка:

$$m(\text{NaOH}) = C_n \cdot M \cdot V = 1 \cdot 40 \cdot 1 = 40 \text{ г.}$$

Наважку беруть більшу (до 50 г), швидко зважуючи її на технічних вагах. Наважку вміщують у склянку, швидко ополіскують 2 – 3 рази малими порціями води. Промитий їдкий натр вміщують у калібровану на 1 л колбу і готують розчин. Спочатку слід долити невелику кількість води, а коли реактив розчиниться, дають розчинові охолонути і доводять об'єм розчину до позначки 1 л.

#### *Отриманий ~ 1М розчин є вихідним для подальшої роботи студентів.*

Кожен студент отримує індивідуальне завдання на приготування певного об'єму ( $V_1$ ) ~ 0,1 М розчину NaOH з 1 М розчину NaOH, виходячи з того, що в наявності є мірні колби місткістю 100, 110, 200, 220, 250 і 500 мл.

Для приготування необхідного розчину слід розрахувати об'єм 1М розчину NaOH ( $V_2$ ), який потрібно взяти для приготування певного об'єму 0,1М

розчину NaOH ( $V_1$ ). Наприклад, для приготування 100 мл 0,1 М розчину NaOH об'єм 1М розчину NaOH розраховують із співвідношення:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

де  $C_1$  – молярна концентрація розчину, який потрібно приготувати;

$C_2$  – молярна концентрація розчину, з якого готують;

$V_1$  – об'єм розчину, який потрібно приготувати, мл;

$V_2$  – об'єм розчину, з якого готують, мл.

Отже об'єм 1М розчину NaOH, який потрібно взяти для приготування 100 мл 0,1М розчину розраховують як:

$$V_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{C_2} = \frac{0,1 \cdot 100}{1} = 10 \text{ мл}$$

Для приготування 100 мл 0,1 М розчину NaOH піпеткою набирають 10 мл 1М розчину NaOH і переносять його в чисту мірну колбу місткістю 100 мл, дистильованою водою доводять об'єм розчину до 100 мл, ретельно перемішують.

### в) стандартизація приготованого ~ 0,1 М розчину NaOH

Стандартизацію розчину NaOH виконують за відстандартизованим робочим розчином HCl або за 0,1 М розчином HCl, який приготували з фіксаналу.

Для титрування сильної кислоти гідроксидом натрію можна вибрати будь-який індикатор, рН якого найближче підходить до рН = 7 (точка еквівалентності). У випадку титрування сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий жовтогарячий, і фенолфталеїн.

**Хід визначення.** До колби на 200–250мл піпеткою вміщують 10–20 мл 0,1 М розчину HCl, додають 3–4 краплини **метилового жовтогарячого** і швидко титрують з бюретки розчином *NaOH* до переходу кольору від червоного через жовтогарячий до жовтого від однієї краплини *NaOH* (рН = 4,4). **З фенолфталеїном** розчин *HCl* титрують від безкольорового до слабо рожевого забарвлення (рН = 9), яке не зникає протягом 30 сек. Чи є різниця в результатах титрування і чому? Поясніть, чому при титруванні сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий жовтогарячий і фенолфталеїн? Титрування повторюють не менше ніж 3 рази; різниця у вимірюванні об'єму не повинна перевищувати 0,1 мл. Отримані результати занотують до журналу у вигляді таблиці:

| Номер Дослідів | Об'єм (мл) розчину HCl, взятого на титрування | Концентрація HCl, моль/л | Об'єм (мл) розчину NaOH, витраченого на титрування | Концентрація NaOH, моль/л |
|----------------|---|--------------------------|--|---------------------------|
| 1.             |   |                          |  |                           |
| 2.             |   |                          |  |                           |
| 3.             |   |                          |  |                           |

Розрахунок молярної концентрації лугу  $C(\text{NaOH})$  виконують за формулою:

$$C(\text{NaOH}) = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})},$$

де  $C(\text{HCl})$  – молярна концентрація хлоридної кислоти в розчині, моль/л;

$V(\text{HCl})$  – об'єм розчину хлоридної кислоти, який взяли для титрування, мл;

$V(\text{NaOH})$  – об'єм розчину лугу, який пішов на титрування, мл.

### ***Лабораторна робота № 3*** ***Визначення кислотності та лужності води***

#### **3.1 Самостійна підготовка**

##### ***Запитання і задачі***

1. Що таке кислотність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
2. Що таке загальна, вільна, активна кислотності води?
3. Як визначають різні форми кислотності води?
4. Що таке лужність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
5. Що розуміють під загальною та вільною лужністю води?
6. Що таке гідрокарбонатна, карбонатна та гідратна лужність води?
7. Як визначають різні форми лужності?
8. При визначенні кислотності стічних вод на титрування 100 мл води за фенолфталеїном витрачено 8 мл, а за метилоранжем 3 мл 0,1Н розчину NaOH. Розрахуйте усі види кислотності води. Яким є за таких умов рН води?
9. На титрування 100 мл досліджуваної води витрачено за метилоранжем 5 мл, а за фенолфталеїном 2 мл 0,1Н розчину HCl. Які показники якості води можна розрахувати за цими даними? Чи придатна вода для питних цілей?
10. При визначенні активної кислотності води знайдено, що рН її дорівнює 4. Чому дорівнює концентрація іонів водню в цій воді?
11. рН води дорівнює 6. Які показники якості води можна визначити методом нейтралізації?
12. Скільки грамів  $\text{CH}_3\text{COOH}$  міститься у розчині, якщо на його титрування витрачено 15 мл 0,1 Н розчину NaOH.

#### **3.2 Робота в лабораторії**

##### **Посуд і реактиви**

1. 0,1М розчин NaOH;
2. 0,1М розчин HCl.
3. Індикатори: метиловий жовтогарячий (метилоранж) і фенолфталеїн (0,1%-ові розчини).
4. Бюретка місткістю 25 мл.
5. Конічна колба місткістю 200–250 мл.
6. Піпетки місткістю 100 мл.



### 3.3 Кислотність води. Загальні відомості

Кислотність природних, незабруднених вод залежить, в основному, від вмісту розчиненого вільного діоксиду вуглецю, гумінових та інших слабких органічних кислот. Визначення кислотності проводять, як правило, одразу після відбору проби води. Під кислотністю води розуміють вміст у воді речовин, що реагують з 0,1 М розчином NaOH. Визначення кислотності проводять, як правило, одразу після відбору проби води.

Кислотність природних незабруднених вод зумовлена:

- вмістом розчиненого діоксиду вуглецю  $\text{CO}_2$ ;
- вмістом гумінових й інших слабких органічних кислот.

Величина рН таких природних вод більше за 4,4. Якщо рН води менша ніж 4,4, то така вода може бути забруднена сильними мінеральними кислотами або солями, що утворені сильними кислотами й слабкими гідроксидами, які у воді гідролізуються з утворенням кислого середовища.

Кислотність води визначають титруванням проби води 0,1 М розчином NaOH. Відомо, що при титруванні електрометричним методом за допомогою рН-метру, кінець титрування вільної кислотності має місце при  $\text{pH} \approx 4,4$ , а загальної кислотності – при  $\text{pH} \approx 8,3$ . При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогогарячого (інтервал переходу забарвлення від – 3 до 4,4, а  $\text{pT}=4$ ) і фенолфталеїну (інтервал переходу забарвлення рН – від 8,2 до 10, а  $\text{pT}=9$ ) кількість 0,1 М розчину NaOH, при використанні якого рН розчину досягає значення 4,4 (жовте забарвлення метилоранжу), відповідає вільній кислотності, а 9 (слабке рожеве забарвлення) – загальній кислотності. Якщо рН досліджуваної води більше за 9 (забарвлення фенолфталеїну рожеве), то її кислотність дорівнює нулю.

#### 3.3.1 Методика визначення загальної кислотності (рН від 0 до 9).

У конічну колбу місткістю 200–250 мл піпеткою відібрати 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином NaOH (розчин лугу додавати краплями) до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 2–3 хв. Титрування повторити декілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, ніж на 0,1 мл.

Загальну кислотність (ммоль/л) розраховують за формулою:

$$K_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (3.1)$$

де  $C(\text{NaOH})$  – молярна концентрація  $\text{NaOH}$  у розчині, моль/л;

$V(\text{NaOH})$  – об'єм робочого розчину  $\text{NaOH}$ , витрачений на титрування з фенолфталеїном, мл;

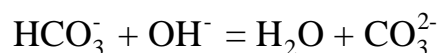
$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, мл.

### 3.3.2 Методика визначення вільної кислотності (pH < 4,4)

У конічну колбу місткістю 250–350 мл піпеткою налити 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином NaOH до зміни кольору від червоного до жовтого. Якщо при додаванні до проби води метилового жовтогарячого забарвлення води стає жовтим, то це означає, що вільна кислотність дорівнює нулю. Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл. Вільну кислотність  $K_v$  розраховують за формулою (3.1).

### 3.4 Лужність води. Загальні відомості

Під загальною лужністю води розуміють суму аніонів  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ , що містяться у воді. Одночасно всі аніони існувати не можуть унаслідок протікання кислотно-лужної взаємодії:



Іони  $\text{HCO}_3^-$  існують у інтервалі pH 4–9. При pH < 9 тільки гідрокарбонат-іони зумовлюють загальну лужність води. Іони  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  існують при pH > 9 і зумовлюють вільну лужність води.

Метод визначення загальної лужності води і її компонентів базується на титруванні проби води 0,1М розчином HCl у присутності метилового жовтогарячого до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого. При цьому можливий перебіг таких реакцій:



Вільну лужність визначають титруванням проби води 0,1М розчином HCl у присутності фенолфталеїну до знебарвлення його розчину (pH < 8,2).

*Якщо титрування проводити за допомогою рН-метру (електрометричний метод), то кінець титрування вільної лужності має місце при pH  $\approx$  8,3, а загальної лужності при pH  $\approx$  4,5.*

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогарячого і фенолфталеїну кількість 0,1 М розчину HCl, при використанні якого pH розчину досягає значення 8,2 (знебарвлення фенолфталеїну), відповідає вільній лужності, а 4 (перехід жовтого забарвлення в жовтогаряче) – загальній лужності. Якщо pH досліджуваної води менше за 4 (забарвлення метилового жовтогарячого – жовтогаряче або червоне), то її лужність дорівнює нулю.

*Визначення лужності треба проводити безпосередньо після відбору проби води, але не пізніше, ніж через 24 год.*

#### 3.4.1 Методика визначення вільної лужності (pH > 9)

У конічну колбу на 200-250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином HCl до

знебарвлення розчину від однієї краплини розчину  $\text{HCl}$ . Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, чим на 0,1 мл.

Вільну лужність ( $L_B$ ) розраховують за формулою

$$L_B = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad \text{ммоль/л} \quad (3.5)$$

де  $C(\text{HCl})$  – молярна концентрація розчину  $\text{HCl}$ , моль/л;

$V(\text{HCl})$  – об'єм 0,1 М розчину  $\text{HCl}$ , витрачений на титрування в присутності фенолфталеїну, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, що взяли для дослідження, мл.

### 3.4.2 Методика визначення загальної лужності води

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М робочим розчином  $\text{HCl}$  до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ( $\text{pH}=4$ ). Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл.

Розрахунок лужності загальної ( $L_3$ ) ведуть за формулою

$$L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad \text{ммоль/л} \quad (3.6)$$

де  $C(\text{HCl})$  – молярна концентрація розчину  $\text{HCl}$ , моль/л;

$V(\text{HCl})$  – об'єм 0,1 М розчину  $\text{HCl}$ , витрачений на титрування в присутності метилового жовтогарячого, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, що взяли для дослідження, мл.

**Примітка.** Загальну й вільну лужність можна визначити в інший спосіб – в одній пробі води.

**Хід визначення.** Спочатку знаходять вільну лужність, титруючи пробу води 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  з фенолфталеїном ( $V_1$ ) до знебарвлення (див. дослід 3.4.1). Потім до цієї ж проби води, після зникнення рожевого забарвлення, додають 3–4 краплини метилового жовтогарячого і продовжують титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ( $V_3$ ).

Тоді, вільну лужність розраховують за формулою (3.5), а загальну лужність за формулою

$$L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot (V_1 + V_3) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})} \quad (3.7)$$

За результатами такого визначення різних видів лужності води можна розкласти лужність на **гідратну, карбонатну й гідрокарбонатну** та оцінити внесок кожної з них у загальну лужність води.

1. Якщо  $V_1 = V_3$ , то лужність води зумовлена виключно іонами  $\text{CO}_3^{2-}$  і така лужність має назву карбонатної лужності. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_1$ .

2. Якщо  $V_1 > V_3$ , то компонентами лужності води є іони  $\text{CO}_3^{2-}$  і  $\text{OH}^-$ . Ці іони зумовлюють карбонатну й гідратну лужність, відповідно. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_3$ , гідратної лужності – об'єм  $(V_1 - V_3)$ .

3. Якщо  $V_1 < V_3$  то компонентами лужності води є іони  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ . Ці іони зумовлюють карбонатну й гідрокарбонатну лужність води. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_1$ , гідрокарбонатної  $(V_3 - V_1)$ . Загальну лужність обчислюють з урахуванням  $(V_1 + V_3)$ .

Оцініть, які іони зумовлюють лужність води та внесок кожної з лужностей води в загальну лужність води.

*Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 загальна лужність питної води повинна бути в межах 0,5-6,5.*

## **Лабораторна робота № 4** **Визначення вмісту форм карбонатної кислоти у воді**

### **4.1 Самостійна підготовка**

#### **Запитання і задачі**

1. Що називають вільною, напівзв'язаною та зв'язаною карбонатною кислотою?

2. Що таке рівноважна карбонатна кислота, як змінюється її наявність при підвищенні карбонатної твердості води і зростанні концентрації іонів  $\text{Ca}^{2+}$ ?

3. Яка карбонатна кислота називається агресивною? Поясніть дію агресивної карбонатної кислоти на бетон і корозію металевих труб.

4. Методика визначення вільної карбонатної кислоти, карбонат – і – гідрокарбонат-іонів.

5. Обчислення агресивної  $\text{CO}_2$  за даними аналізу.

6. рН води дорівнює 10. Які форми карбонатної кислоти можна визначити за цими даними?

7. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5,6 мл 0,1н. розчину  $\text{NaOH}$ , а на титрування 100 мл води в присутності фенолфталеїну – 1,5 мл 0,1 н. розчину  $\text{HCl}$ . Розрахуйте вміст форм карбонатної кислоти, які можна визначити за цими даними.

8. Визначити у воді концентрацію  $\text{HCO}_3^-$  - іона коли відомо, що рН = 9, концентрація  $\text{CO}_3^{2-}$  - іона = 6 моль/л. Константа дисоціації вуглекислоти за другим ступенем  $K_2 = 4,69 \cdot 10^{-11}$ ,  $t = 25^\circ \text{C}$ .

## 4.2 Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви

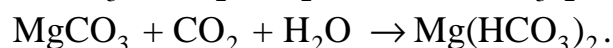
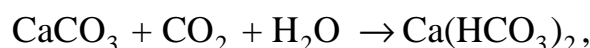
1. 0,1М розчин NaOH; 0,1М розчин HCl.
2. Індикатори: 0,1%-ові розчини фенолфталеїну та метилоранжу (метиловий жовтогогарячий).
3. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Конічна колба місткістю 250 мл.
5. Піпетка місткістю 100 мл.

### 4.3 Аналітичне визначення форм карбонатної кислоти

Карбонатна кислота (вуглекислота) у воді може бути присутня в трьох формах: **вільної** ( $\text{CO}_2$ ), **напівз'язаної** ( $\text{HCO}_3^-$ ) і **зв'язаної** ( $\text{CO}_3^{2-}$ ).

**Діоксид вуглецю**  $\text{CO}_2$ , під час розчинення у воді, частково вступає з нею у взаємодію з утворенням карбонатної кислоти. Окремо визначити вміст діоксиду вуглецю і карбонатної кислоти у воді важко, тому сумарну концентрацію цих компонентів приймають за концентрацію **вільної вуглекислоти**. Так як тільки близько 1% розчиненого діоксиду вуглецю утворює карбонатну кислоту, розрахунок вмісту вільної вуглекислоти ведуть на діоксид вуглецю  $\text{CO}_2$ . Концентрація вільної вуглекислоти кислоти в поверхневих водах може досягати 10—30 мг/л.

**Напівзв'язаною** формою вуглекислоти у воді є **гідрокарбонат - іони**  $\text{HCO}_3^-$ , які утворюються в процесі дисоціації вуглекислоти за 1-й ступенем:  $\text{H}_2\text{CO}_3 = \text{H}^+ + \text{HCO}_3^-$ , а також у результаті розчинення карбонатних порід під дією карбонатної кислоти:



Гідрокарбонат-іони – найпоширеніша форма вуглекислоти в природних водах (до 400 мг/л). Вони зумовлюють лужність і карбонатну твердість води.

При дисоціації вуглекислоти за 2-м ступенем утворюються карбонат-іони:  $\text{HCO}_3^- \rightleftharpoons 2\text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$  (**зв'язана форма** вуглекислоти). Вони містяться тільки в лужних водах (при  $\text{pH} > 9$ ) у присутності іонів  $\text{Ca}^{2+}$  і  $\text{Mg}^{2+}$ . Вміст  $\text{CO}_3^{2-}$  у природних водах невеликий внаслідок малої розчинності карбонату кальцію.

Одночасно всі три форми вуглекислоти у воді існувати не можуть. Кожна з форм існує в певному інтервалі  $\text{pH}$ . З іншого боку, саме наявність тієї чи іншої форми вуглекислоти зумовлює те чи інше  $\text{pH}$  води. На рисунку 4.1 наведена залежність відсоткового вмісту форм вуглекислоти від  $\text{pH}$  води.

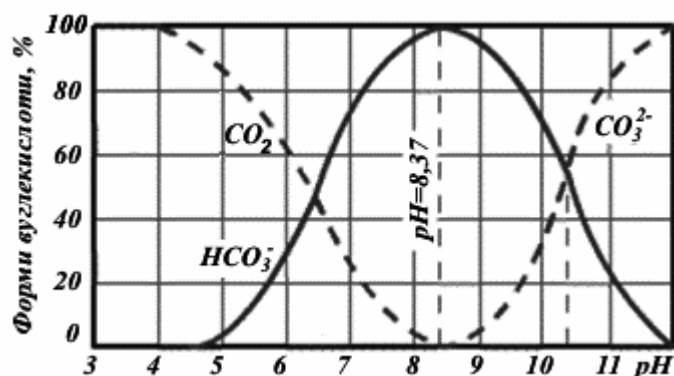


Рисунок 4.1 – Залежність відсоткового вмісту форм вуглекислоти від рН води

З рисунку 4.1 витікає, що:

- якщо  $\text{pH} \leq 4,4$  у воді присутня тільки вільна вуглекислота.
- в інтервалі рН від 4,4 до 8,37 у рівновазі знаходяться дві форми вуглекислоти –  $\text{CO}_2$  та іони  $\text{HCO}_3^-$ , причому концентрація останніх зростає з підвищенням рН і досягає максимального значення при рН 8,37.
- в інтервалі рН від 8,37 до 12 у рівновазі знаходяться іони  $\text{HCO}_3^-$  і  $\text{CO}_3^{2-}$ ; при  $\text{pH} > 12$  – тільки іони  $\text{CO}_3^{2-}$ .

#### 4.3.1 Визначення вмісту вільної вуглекислоти $\text{CO}_2$ ( $4,4 < \text{pH} < 9$ )

Вільна вугільна кислота за рН більше 4,4 зумовлює загальну кислотність природних питних вод (рис. 4.1). Тому визначення вмісту вільної  $\text{CO}_2$  проводять титруванням проби води 0,1 М розчином лугу NaOH у присутності фенолфталеїну ( $\text{pT} = 9$ ) від безбарвного до слабо рожевого кольору. При цьому  $\text{CO}_2$  переходить у гідрокарбонат-іон:



**Методика визначення.** Піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином NaOH (розчин лугу додавати краплями). При цьому кожен раз закривати колбу гумовим корком і перемішувати вміст колби плавним похитуванням до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 2-3 хв.

Розрахунок концентрації вільної вуглекислоти (ммоль/л) виконують за формулою

$$X(\text{CO}_2) = K_{\text{заг}} = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}. \quad (4.2)$$

Вміст вільної вуглекислоти (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{CO}_2) = X(\text{CO}_2) \cdot M(\text{CO}_2), \quad (4.3)$$

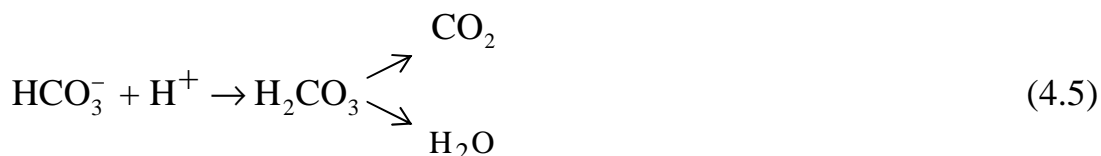
де  $M(\text{CO}_2)$  – молярна маса  $\text{CO}_2$ , що дорівнює 44 г/моль (фактор еквівалентності  $\text{CO}_2$ , згідно з рівнянням (4.1), дорівнює 1).

Якщо рН води менше за 4,4, то концентрацію вільної вуглекислоти слід розраховувати як

$$X(\text{CO}_2) = K_{\text{заг}} - K_{\text{в}} - K_{\text{гум}}, \text{ ммоль/л.} \quad (4.4)$$

#### 4.3.2 Визначення вмісту гідрокарбонат-іонів $\text{HCO}_3^-$ (напівзв'язаної вуглекислоти) – інтервал $\text{pH } 4 < \text{pH} < 9$

В інтервалі  $\text{pH}$  від 4 до 9 гідрокарбонат-іони ( $\text{HCO}_3^-$ ), унаслідок гідролізу, зумовлюють загальну лужність води (див. рис 4.1). Тому їх вміст визначають титруванням проби води 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  у присутності метилового жовтогарячого. При цьому має місце перебіг реакції:



У кінці титрування реакція середовища, як можна бачити з рівняння, повинна бути слабо кислою, тому за індикатор беруть метиловий жовтогарячий.

**Методика визначення.** В конічну колбу піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  від жовтого до жовтогарячого забарвлення індикатора ( $\text{pH} = 4$ ).

Розрахунок концентрації іонів  $\text{HCO}_3^-$  (ммоль/л) проводять за формулою

$$X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (4.6)$$

Вміст іонів  $\text{HCO}_3^-$  (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{HCO}_3^-) = X(\text{HCO}_3^-) \cdot M(\text{HCO}_3^-), \quad (4.7)$$

де  $M(\text{HCO}_3^-)$  – молярна маса  $\text{HCO}_3^-$  – іонів, що дорівнює 61 г/моль (фактор еквівалентності іонів  $\text{HCO}_3^-$ , згідно з рівнянням (4.5), дорівнює 1).

#### 4.3.3 Визначення карбонат-іонів $\text{CO}_3^{2-}$ і гідрокарбонат-іонів $\text{HCO}_3^-$ у воді за спільної їх присутності ( $\text{pH} > 8,4$ )

##### а) визначення вмісту іонів $\text{CO}_3^{2-}$

При  $\text{pH}$  більше за 8,4 карбонат – іони внаслідок гідролізу зумовлюють вільну лужність води. Тому їх вміст визначають титруванням проби води 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  у присутності фенолфталеїну від рожевого до слабо рожевого забарвлення, яке зникає від однієї краплини розчину  $\text{HCl}$ . При цьому має місце перебіг реакції:



**Методика визначення.** В конічну колбу місткістю 250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  до зникнення рожевого забарвлення ( $V_1$ ).

Розрахунок концентрації іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  (ммоль/л) виконують за формулою

$$X(\text{CO}_3^{2-}) = L_6 = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V_1 \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (4.9)$$

де  $V_1$  – об'єм 0,1 М розчину  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

Вміст іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{CO}_3^{2-}) = X(\text{CO}_3^{2-}) \cdot M(\text{CO}_3^{2-}), \quad (4.10)$$

де – молярна маса іонів  $\text{CO}_3^{2-}$ , що дорівнює 60 г/моль (фактор еквівалентності іонів  $\text{CO}_3^{2-}$ , згідно з рівнянням (4.8), дорівнює 1).

Розчин не виливають, а діють так, як описано нижче.

#### **б) визначення вмісту іонів $\text{HCO}_3^-$ .**

##### **Методика визначення вмісту іонів $\text{HCO}_3^-$**

До відтитрованої з фенолфталеїном проби води (див. дослід 4.3.3, а) додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  до появи жовтогарячого забарвлення ( $V_2$ ). При цьому гідрокарбонат – іони (і наявні раніше, і ті, що утворилися при титруванні  $\text{CO}_3^{2-}$  – іонів) перетворюються у вільну вуглекислоту (див. рівняння (4.5)).

Розрахунок концентрації іонів  $\text{HCO}_3^-$  (ммоль/л) виконують за формулою:

$$X(\text{HCO}_3^-) = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (4.11)$$

де  $V_2$  – об'єм  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування з метиловим жовтогарячим, мл;

$V_1$  – об'єм  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування проби води з фенолфталеїном, мл.

Вміст іонів  $\text{HCO}_3^-$  (мг/л) розраховують за формулою (4.7).

#### **4.3.4 Розрахунок агресивної вуглекислоти**

Визначення агресивної вуглекислоти виконують, користуючись даними таблиці 4.1. Введемо позначення: нехай  $S$  – це сума вільної і напівзв'язаної вуглекислоти ( $C_{\text{CO}_2} + C_{\text{HCO}_3^-}$ ), мг/л;  $q$  – сума напівзв'язаної і агресивної вуглекислоти, мг/л.

Складемо знайдені кількості вільної і напівзв'язаної вуглекислоти (останню знаходять множенням ммоль/л  $\text{HCO}_3^-$  на 22). Отриману суму знаходять у графі « $S$ », а в графі « $q$ » – суму напівзв'язаної і агресивної вуглекислоти.

Кількість агресивної вуглекислоти знаходять, відніманням вмісту напівзв'язаної кислоти від числа в графі « $q$ ».

**Приклад.** Вміст іону  $\text{HCO}_3^- = 4,55$  ммоль/л і вільної вуглекислоти  $\text{CO}_2 = 60$  мг/л, тоді вміст напівзв'язаної вуглекислоти буде  $4,55 \times 22 = 100$  мг/л, сума вільної і напівзв'язаної вуглекислоти буде  $100 + 60 = 160$  мг/л. Знаходимо число 160 в графі « $S$ » і відповідне йому число в графі « $q$ » – 118,1. Цифра 118,1 є сумою напівзв'язаної і агресивної вуглекислоти.



Віднімаючи вміст напівзв'язаної вуглекислоти від суми напівзв'язаної та агресивної вуглекислоти, знаходимо кількість агресивної вуглекислоти:

$$\text{CO}_2 = 118,1 - 100 = 18,1 \text{ (мг/л)}.$$

Таблиця 4.1 – Обчислення агресивної  $\text{CO}_2$

| <i>S</i> | <i>Q</i> | <i>S</i> | <i>Q</i> | <i>S</i> | <i>Q</i> | <i>S</i> | <i>Q</i> | <i>S</i> | <i>Q</i> |
|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1        | 2        | 3        | 4        | 5        | 6        | 7        | 8        | 9        | 10       |
| 1        | 1        | 45       | 43,0     | 89       | 77,3     | 133      | 104,3    | 177      | 126,2    |
| 2        | 2        | 46       | 43,9     | 90       | 78,0     | 134,8    | 104,8    | 178      | 126,6    |
| 3        | 3        | 47       | 44,7     | 91       | 78,7     | 135      | 105,4    | 179      | 127,0    |
| 4        | 4        | 48       | 45,6     | 92       | 79,3     | 136      | 105,9    | 180      | 127,5    |
| 5        | 5        | 49       | 46,5     | 93       | 80,0     | 137      | 106,5    | 181      | 127,9    |
| 6        | 6        | 50       | 47,3     | 94       | 80,8     | 138      | 106,9    | 182      | 128,4    |
| 7        | 7        | 51       | 47,8     | 95       | 81,4     | 139      | 107,5    | 183      | 128,6    |
| 8        | 8        | 52       | 48,4     | 96       | 82,1     | 140      | 108,1    | 184      | 129,2    |
| 9        | 9        | 53       | 49,0     | 97       | 82,7     | 141      | 108,6    | 185      | 129,7    |
| 10       | 10       | 54       | 50,7     | 98       | 83,3     | 142      | 109,1    | 186      | 130,2    |
| 11       | 11       | 55       | 51,5     | 99       | 84,0     | 143      | 109,6    | 187      | 130,6    |
| 12       | 12       | 56       | 52,4     | 100      | 84,6     | 144      | 110,2    | 188      | 131,0    |
| 13       | 13       | 57       | 53,2     | 101      | 85,3     | 145      | 110,7    | 189      | 131,4    |
| 14       | 13,9     | 58       | 54,0     | 102      | 85,9     | 146      | 111,2    | 190      | 131,9    |
| 15       | 14,9     | 59       | 54,8     | 103      | 86,5     | 147      | 111,7    | 191      | 132,3    |
| 16       | 15,9     | 60       | 55,7     | 104      | 87,2     | 148      | 112,2    | 192      | 132,7    |
| 17       | 16,9     | 61       | 56,5     | 105      | 87,7     | 149      | 112,5    | 193      | 133,2    |
| 18       | 17,8     | 62       | 57,2     | 106      | 88,4     | 150      | 113,2    | 194      | 133,7    |
| 19       | 18,8     | 63       | 58,1     | 107      | 89,1     | 151      | 113,7    | 195      | 134,0    |
| 20       | 19,7     | 64       | 58,8     | 108      | 89,7     | 152      | 114,3    | 196      | 134,4    |
| 21       | 20,8     | 65       | 59,6     | 109      | 90,4     | 153      | 114,7    | 197      | 134,8    |
| 22       | 21,7     | 66       | 60,4     | 110      | 90,9     | 154      | 115,3    | 198      | 135,2    |
| 23       | 22,7     | 67       | 61,2     | 111      | 91,6     | 155      | 115,8    | 199      | 135,7    |
| 24       | 23,7     | 68       | 62,0     | 112      | 92,2     | 156      | 116,3    | 200      | 136,0    |
| 25       | 24,6     | 69       | 62,8     | 113      | 92,8     | 157      | 116,6    | 210      | 141,6    |
| 26       | 25,6     | 70       | 63,5     | 114      | 93,4     | 158      | 117,3    | 220      | 145,6    |
| 27       | 26,5     | 71       | 64,3     | 115      | 94,0     | 159      | 117,6    | 230      | 149,8    |
| 28       | 27,5     | 72       | 65,0     | 116      | 94,6     | 160      | 118,1    | 240      | 153,8    |
| 29       | 28,4     | 73       | 65,8     | 117      | 95,1     | 161      | 118,6    | 250      | 161,2    |
| 31       | 30,3     | 75       | 67,3     | 119      | 96,3     | 163      | 119,6    | 260      | 164,9    |
| 32       | 31,2     | 76       | 68,0     | 120      | 97,0     | 164      | 120,1    | 270      | 168,5    |
| 33       | 32,2     | 77       | 68,8     | 121      | 97,6     | 165      | 120,6    | 280      | 171,9    |
| 34       | 33,1     | 78       | 69,5     | 122      | 98,1     | 166      | 121,0    | 290      | 175,3    |
| 35       | 34,0     | 79       | 70,3     | 123      | 98,6     | 167      | 121,5    | 300      | 178,8    |
| 36       | 34,9     | 80       | 71,0     | 124      | 99,2     | 168      | 122,0    | 310      | 182,1    |
| 37       | 35,9     | 81       | 72,7     | 125      | 99,8     | 169      | 122,5    | 330      | 185,0    |
| 38       | 36,8     | 82       | 72,4     | 126      | 100,4    | 170      | 123,0    | 340      | 188,3    |
| 39       | 37,7     | 83       | 73,1     | 127      | 100,9    | 171      | 123,4    | 350      | 191,3    |
| 40       | 38,6     | 84       | 73,8     | 128      | 101,5    | 172      | 123,9    | 360      | 194,2    |
| 41       | 39,5     | 85       | 74,5     | 129      | 102,1    | 173      | 124,3    | 370      | 197,3    |
| 42       | 40,3     | 86       | 75,2     | 130      | 102,6    | 174      | 124,7    | 380      | 199,9    |
| 43       | 41,2     | 87       | 76,9     | 131      | 103,2    | 175      | 125,2    | 390      | 202,8    |
| 44       | 42,1     | 88       | 76,5     | 132      | 103,7    | 176      | 125,6    | 400      | 205,7    |

## **Лабораторна робота № 5**

### **Визначення карбонатної твердості води**

#### **5.1 Самостійна підготовка**

##### **Запитання і задачі**

1. Що таке карбонатна твердість води, в яких одиницях вона вимірюється?
2. Наявністю яких сполук у воді зумовлена карбонатна твердість води?
3. Як визначають карбонатну твердість? Дати обґрунтування вибору індикатора при визначенні карбонатної твердості.
4. Скласти рівняння реакції:
  - а) розклад гідрокарбонатів кальцію і магнію;
  - б) гідроліз гідрокарбонатів кальцію і магнію;
  - в) взаємодія гідрокарбонату кальцію з хлоридною кислотою та гідроксидом кальцію.
5. Твердість води, що містить гідрокарбонат кальцію, дорівнює 3 ммоль-екв/л. Скільки грамів гідрокарбонату кальцію міститься в 1 м<sup>3</sup> цієї води?
6. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5 мл 0,1Н розчину *HCl*. Після кип'ятіння цієї води протягом години на титрування 100 мл води витрачено 1,5 мл 0,1Н розчину *HCl*. Визначити усувну та неусувну карбонатну твердість води.
7. У 100 л води розчинено 24,6 г гідрокарбонату кальцію, 12,9 г сульфату магнію і 8,6 г хлориду кальцію. Розрахуйте всі види твердості води. Чи придатна вода для питних цілей?
8. Твердість води, у якій розчинений тільки гідрокарбонат кальцію, дорівнює 5 ммоль/л. Який об'єм 0,1н розчину *HCl* потрібен для реакції з гідрокарбонатом кальцію, що утримується в 200 мл цієї води?

##### **Загальні відомості**

**Карбонатна твердість** природної води зумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію і магнію, які зумовлюють також лужність води.

Методом нейтралізації (прямим титруванням) неможливо визначити вміст іонів кальцію і магнію, які зумовлюють твердість води, але цілком можливо визначити вміст гідрокарбонат-іонів  $\text{HCO}_3^-$ , які еквівалентно зв'язані з іонами кальцію і магнію, тобто  $n(1/2(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})) = n(\text{HCO}_3^-)$ .

Таким чином, не прямим, а *замісним титруванням* іонів  $\text{HCO}_3^-$  можна визначити карбонатну твердість води. Карбонатна твердість води (ммоль/л), залежно від величини рН води, може бути розрахована як:

$$\text{за умови } \text{pH} > 9 \quad T_{\text{к}} = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} - L_{\text{в}}; \quad (5.1)$$

$$\text{за умови } \text{pH} < 9 \quad T_{\text{к}} = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}}, \text{ оскільки } L_{\text{в}} = 0. \quad (5.2)$$

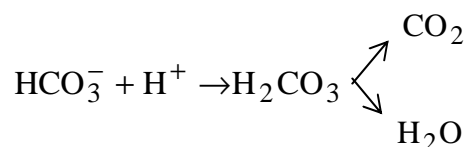
## 5.2 Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви:

1. Колби для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Робочий розчин; 0,1н. HCl.
5. Індикатор метилоранж (метиловий жовтогарячий).

### 5.2.1 Хід визначення карбонатної твердості води за умови $pH < 9$

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води. Додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого. Титрувати пробу води 0,1Н робочим розчином HCl до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ( $V_1$ ). При цьому має місце реакція:



Титрування повторити кілька разів, вибрати три результати, що збігаються, і визначити середній об'єм 0,1Н розчину HCl. Карбонатну твердість ( $T_K$ ) розраховують за формулою

$$T_K = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V_1(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \text{ ммоль-екв/л} \quad (5.3)$$

де  $C(\text{HCl})$  – нормальна концентрація робочого розчину HCl, моль/л;

$V_1(\text{HCl})$  – об'єм робочого розчину соляної кислоти, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, мл.

### 5.2.2 Хід визначення карбонатної твердості води за умови $pH > 9$

а) до 100 мл проби води додають 2-3 краплини розчину фенолфталеїну і титрують 0,1Н розчином HCl до знебарвлення ( $V_1$ );

б) до 100 мл проби води додають 2 – 3 краплини метилового жовтогарячого і титрують 0,1Н розчином HCl від жовтого до жовтогарячого кольору ( $V_2$ ).

Твердість карбонатну ( $T_K$ ) обчислюють за формулою:

$$T_K = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \text{ моль-екв/л} \quad (5.4)$$

де  $V_2$  – об'єм 0,1Н розчину HCl, який пішов на титрування у присутності метилового жовтогарячого, мл;

$V_1$  – об'єм 0,1Н розчину HCl, який пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

$C(\text{HCl})$  – нормальна концентрація розчину HCl, моль/л;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, взятий для аналізу, мл.

### 5.2.3 Визначення усувної та неусувної твердості води

Карбонатна твердість називається *тимчасовою* тому, що вона майже повністю може бути усунена кип'ятінням:



Тимчасову твердість поділяють на **усувну** і **неусувну**.

Визначення неусувної карбонатної твердості ( $T_n$ ) проводять, як описано у досліді 5.2.1 або 5.2.2 (залежно від рН води), після кип'ятіння досліджуваної води протягом 30 хвилин. Обчислення  $T_n$  ведуть за формулою (5.3 або 5.4) .

Усувна карбонатна твердість води ( $T_y$ ) розраховується як

$$T_y = T_k - T_n, \quad \text{ммоль-екв/л.} \quad (5.5)$$

## ***Лабораторна робота № 6*** ***Приготування і стандартизація робочих розчинів*** ***у комплексометрії***

### **6.1 Самостійна підготовка**

#### ***Запитання і задачі***

1. Яка сутність методів комплексометричного аналізу?
2. Вплив рН на перебіг реакції під час титрування?
3. Індикатори, які використовуються в комплексометричних методах аналізу?
4. Метод трилонометрії. Робочі розчини методу, їх приготування та стандартизація.
5. Розрахуйте скільки грамів трилону Б необхідно зважити для приготування 200 мл 0,05Н розчину трилону Б.

### **6.2 Робота в лабораторії**

#### ***Посуд і реактиви:***

1. Бюкси для наважок.
2. Мірна колба місткістю 1 л.
3. Піпетки місткістю 100 мл.
4. Мірні циліндри місткістю 10 – 25 мл.
5. Індикатор еріохром чорний.
6. Конічні колби для титрування.

#### **6.2.1 Приготування приблизно 0,05Н розчину трилону Б**

Розрахувати наважку трилону Б, необхідну для приготування 1 л 0,05Н розчину ( $M = 372,2$  г/моль). Трилон Б зважити на технічних терезах, перенести в мірну колбу, розвести в дистильованій воді, додаючи останню невеличкими порціями, довести до позначки і добре перемішати.

### **6.2.2 Приготування 0,05Н розчину $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$**

Розраховану наважку  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  зважити на аналітичних терезах і розвести в мірній колбі місткістю 1 л, добре перемішати.

### **6.2.3 Приготування амонійної буферної суміші**

20 г хлориду амонію марки х.ч. розвести в 100 мл дистильованої води й перемішати із 100 мл 20 %-вого розчину  $\text{NH}_4\text{OH}$ , довести дистильованою водою до 1 л.

### **6.2.4 Приготування індикатора**

Змішують 0,25 г еріохрому чорного з 50 г сухого  $\text{NaCl}$ .

### **6.2.5 Визначення концентрації робочого розчину трилона Б (стандартизація)**

Визначення проводять при  $\text{pH} = 9,2$ . У конічну колбу відміряти піпеткою 100 мл 0,05Н розчину сульфату магнію, додати циліндром 5 мл амонійної буферної суміші та декілька кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати трилоном Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. Обчислити нормальну концентрацію трилону Б за формулою:

$$C_{\text{ТР}} = \frac{C_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{ТР}}} \text{ моль-екв/л,}$$

де  $C_{\text{ТР}}$  – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль- екв/л;

$C_{\text{MgSO}_4}$  – нормальна концентрація розчину сульфату магнію, моль-екв/л;

$V_{\text{MgSO}_4}$  – об'єм розчину сульфату магнію, взятого для титрування, мл;

$V_{\text{ТР}}$  – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, мл.

## ***Лабораторна робота № 7***

### ***Визначення загальної твердості води, вмісту іонів кальцію і магнію***

#### **7.1 Самостійна підготовка**

##### ***Запитання і задачі***

1. Присутністю яких солей зумовлена загальна, тимчасова й постійна твердість води?

2. Які методи існують для визначення загальної твердості води? Як визначають постійну твердість?

3. Які індикатори використовують у комплексометричному методі визначення іонів кальцію та магнію у воді? На чому засновано їх використання?

4. В якому середовищі проводиться комплексометричне визначення загальної твердості води, чим це пояснюється? Поясніть дію аміачної буферної суміші.

5. Які іони заважають визначенню загальної твердості води комплексометричним методом? Як ліквідувати їх вплив?

6. В  $1 \text{ м}^3$  води міститься 55,5 г хлориду кальцію, 324 г гідрокарбонату кальцію й 120 г сульфату магнію. Розрахуйте усі види твердості води. Чи придатна вона для питних цілей?

7. Розрахувати, скільки грамів трилону Б треба взяти для приготування 2 л 0,01Н розчину ( $M = 372,2 \text{ г/моль}$ ).

8. На титрування 100 мл проби води в присутності *exch* пішло 16 мл 0,05 Н розчину трилону, а на титрування 50 мл проби води в присутності мурексиду – 6 мл 0,05 Н розчину трилону. Розрахуйте усі види твердості води (ммоль-екв/л) та вміст катіонів кальцію та магнію (мг/л). Чи придатна вода для питних цілей?

## 7.2 Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви

1. Колби конічні для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл, 50 мл, 25 мл.
3. Бюретки для титрування місткістю 25 мл.
4. Циліндри місткістю 2, 5мл.
5. Амонійна буферна суміш ( $\text{pH} = 9,2$ ) – 20 г хлориду амонію марки х.ч. розвести в 100 мл дистильованої води і перемішати з 100 мл 20 % – вого розчину  $\text{NH}_4\text{OH}$ , довести дистильованою водою до 1 л.
6. 10% - вий розчин  $\text{NaOH}$ .
7. Робочий 0,05 Н розчин трилону Б.
8. Індикатор хромоген чорний (змішують і розтирають у ступці 0,25 г кристалічного хромогену чорного з 50 г сухого  $\text{NaCl}$ ).
9. Індикатор мурексид (змішують і розтирають у ступці 0,5 г мурексиду і 100 г  $\text{NaCl}$ ).

## 7.3 Визначення загальної твердості води

Відповідно до **ГОСТ 4151-72** загальна твердість питних, підземних, поверхневих вод визначається комплексометричним методом. Цей метод ґрунтується на утворенні безбарвних комплексних сполук іонів кальцію та магнію з трилоном Б у лужному середовищі ( $\text{pH} \sim 10$ ) в присутності індикатора хромогену чорного. Визначення проводять титруванням проби води 0,05 Н розчином трилону Б ( $f_{\text{екв}} = 1/2$ ) в присутності хромогену чорного від червоно-вишневого до синього забарвлення. Визначенню загальної твердості води заважають мідь, цинк, манган і високий вміст карбонатів і гідрокарбонатів. Похибка при титруванні 100 мл води складає  $0,05 \text{ моль/м}^3$  ( $0,05 \text{ ммоль/дм}^3$ ).

### 7.3.1 Методика визначення загальної твердості води

1. У конічну колбу місткістю 200–250 мл піпеткою відміряють такий об'єм води, щоб на його титрування йшло не більше 10 мл 0,05Н розчину трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ), і доводять дистильованою водою до 100 мл. Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б, залежно від очікуваної твердості, наведені в таблиці 7.1.

**Таблиця 7.1** – Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрації трилону Б залежно від припущеної твердості

| Очікувана твердість води, ммоль/л | Об'єм проби води для аналізу, мл | Концентрація розчину трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ), моль/л |
|-----------------------------------|----------------------------------|--|
| 0,005 – 5,0                       | 50                               | 0,05   |
| 5,0 – 10,0\                       | 25                               | 0,05   |
| 10,0 – 20,0                       | 10                               | 0,05   |

2. Для створення і утримання рН ~ 10 до проби води *циліндром* додають 5 мл амонійного буферного розчину ( $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ ). *рН отриманого розчину обов'язково контролюють за допомогою універсального індикаторного паперу.*

3. Додають 10–15 мг сухої суміші кристалів індикатора хромогену чорного з хлоридом натрію. Розчин забарвлюється в червоно – вишневий колір, унаслідок утворення маломіцних комплексних сполук іонів кальцію і магнію з хромогеном чорним.

4. Пробу води титрують 0,05 Н робочим розчином трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ) при енергійному збовтуванні до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. «Свідком» може бути перетитрована проба, оскільки при додаванні надлишкової кількості трилону Б забарвлення більше не змінюється.

Загальну твердість води  $T_{заг.}$  (ммоль/л) розраховують за формулою

$$T_{заг.} = \frac{C(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})},$$

де  $C(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  – молярна концентрація еквівалента трилону Б у розчині, моль/л;

$V(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  – об'єм розчину трилону Б, який витрачено на титрування, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, взятої для титрування, мл.

При визначенні загальної твердості природних вод іноді виникають деякі проблеми:

- нечітка зміна забарвлення в точці еквівалентності. Це вказує на присутність міді та цинку. Для усунення впливу цих речовин до проби води додають 1–2 мл розчину сульфиду натрію (3,7 г  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  розчиняють у 100 мл дистильованої води) і знову проводять дослідження;

- після додавання до проби води буферного розчину та індикатора проба води поступово знебарвлюється або стає мишастого кольору. Це свідчить про наявність у воді мангану. Для усунення його впливу на результати визначення загальної твердості води перед внесенням усіх реактивів до проби води необхідно додати п'ять крапель 1%-вого розчину солянокислого гідроксиламіну  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  (1 г  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  розчиняють у дистильованій воді та доводять об'єм до 100 мл). Після цього додають усі реактиви і проводять визначення;

- титрування набуває затяжного характеру з нестійким і нечітким забарвленням. Це свідчить про високу лужність води. Її вплив усувають додаванням до проби води (до внесення всіх реактивів)

0,1 М розчину  $\text{HCl}$  у кількості, необхідній для повної нейтралізації лужності води, з подальшим кип'ятінням води протягом 5 хвилин. Після цього додають усі реагенти і виконують визначення.

Згідно до ДСанПіН 2.2.4-171-10 величина загальної твердості води нормується двічі:

- як **фізико – хімічний показник**: загальна твердість повинна бути  $\leq 7$  ммоль–екв/л;

- як **показник фізіологічної повноцінності води**: загальна твердість води має бути в межах 1,5–7 ммоль-екв/л.

#### 7.4 Визначення вмісту іонів кальцію у воді

Метод визначення вмісту іонів кальцію ґрунтується на утворенні комплексонату кальцію при взаємодії іонів кальцію з трилоном Б у присутності мурексиду як індикатора. Визначення проводять у сильно лужному середовищі ( $\text{pH} \sim 12\text{--}13$ ). Це потрібно з двох причин. По-перше, для того, щоб іони  $\text{Mg}^{2+}$  випали в осад  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , а по-друге, саме за такого рН можна використовувати індикатор мурексид, який з іонами кальцію утворює комплексні сполуки, забарвлені в рожевий колір, тоді як його індивідуальне забарвлення – бузкове.

#### Методика визначення вмісту іонів кальцію

1. У конічну колбу місткістю 250 мл, виходячи з очікуваної кальцієвої твердості води, відміряють певний об'єм досліджуваної води (див. табл. 7.2), розбавляють його (при необхідності) до 100 мл дистильованою водою.

Таблиця 7.2 – Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б залежно від концентрації іонів кальцію у воді

| Концентрація іонів кальцію, ммоль-екв/л | Об'єм проби води, мл | Концентрація трилону Б ( $f_{\text{екв}}=1/2$ ), моль/л |
|---|----------------------|---|
| 0,5 – 2,5                               | 100                  | 0,05  |
| 2,5 – 5,0                               | 50                   | 0,05  |
| 5,0 – 10,0                              | 25                   | 0,05  |



2. До проби води циліндром додають 2 мл 10%-вого розчину NaOH (для створення pH 12–13). *pH отриманого розчину обов'язково контролюють індикаторним папером!*

3. Додають 10–15 мг суміші мурексиду з NaCl (на кінці шпателя). Після розчинення індикатора розчин забарвлюється в рожевий колір, внаслідок утворення комплексних сполук іонів кальцію з мурексидом.

4. Пробу води титрують 0,05Н розчином трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ) при енергійному збовтуванні до появи бузкового забарвлення. Титрування проводять у присутності «свідка» – перетитрованої проби.

Твердість кальцієву  $T(1/2Ca^{2+})$  розраховують за формулою

$$T(1/2Ca^{2+}) = \frac{C(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot V(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot 1000}{V(H_2O)}, \text{ ммоль/л.}$$

Вміст іонів кальцію (мг/л) розраховують як

$$Y(Ca^{2+}) = T(1/2Ca^{2+}) \cdot M(1/2Ca^{2+}) = T(1/2Ca^{2+}) \cdot 20,04,$$

де  $M(1/2Ca^{2+})$  – молярна маса еквіваленту кальцію ( $f_{екв} = 1/2$ ), що дорівнює 20,04, г/моль.

**Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 вміст іонів кальцію для питної води повинен бути в межах 25–75 мг/л (показник фізіологічної повноцінності питної води).**

Визначенню кальцію заважають іони заліза, мангану, міді, цинку, свинцю, які також здатні утворювати забарвлені комплексні сполуки з мурексидом. Але для природних незабруднених вод цей вплив незначний і ним можна знехтувати. Чутливість методу 0,4 – 0,6 мг/л, похибка визначення – 1%.

## 7.5 Визначення магнієвої твердості води

Знаючи загальну і кальцієву твердості води, магнієву твердість можна розраховувати як їх різницю

$$T(1/2Mg^{2+}) = T_{заг.} - T(1/2Ca^{2+}), \text{ ммоль/л}$$

або в мг/л

$$Y(Mg^{2+}) = T(1/2Mg^{2+}) \cdot M(1/2Mg^{2+}),$$

де  $M(1/2Mg^{2+})$  – молярна маса еквівалента іонів магнію ( $f_{екв} = 1/2$ ), яка дорівнює 12,15 г/моль.

Слід зазначити, що вищенаведені розрахунки припустимі лише для природних незабруднених вод. Для стічних вод необхідно проводити пряме визначення магнію.

**Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 вміст іонів магнію для питної води повинен бути в межах 10–50 мг/л (показник фізіологічної повноцінності питної води).**

## **Лабораторна робота № 8** **Визначення вмісту сульфат-іонів у воді**

### **8.1 Самостійна підготовка**

#### **Запитання та задачі**

1. У вигляді яких сполук може існувати сульфат-іон у воді?
2. Чому вода, яка містить багато сульфатів, не придатна для питних цілей?
3. У чому сутність визначення сульфатів у воді?
4. У мірній колбі на 200 мл розчинили наважку 1,1256 г  $MgSO_4 \cdot nH_2O$ . До 20 мл цього розчину додали 25 мл 0,012 М розчину трилону Б. На титрування надлишку трилону Б пішло 9,05 мл 0,01 М розчину  $ZnSO_4$ . Розрахуйте вміст магнію в наважці.
5. На титрування 20 мл стічної води, яка містить  $NiCl_2$ , пішло 21 мл 0,02 М розчину трилону Б. Розрахуйте масу  $NiCl_2$  в 10 м<sup>3</sup> води.

### **8.2 Загальні положення**

Сульфат-іони потрапляють у воду при розчиненні осадових порід, до складу яких входить гіпс  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , а також у результаті окислення сірководню або сірки, які містяться в промислових стічних водах.

Присутність у воді сульфатів у великій кількості небажана тому що, наприклад,  $Na_2SO_4$  порушує діяльність шлунково-кишкового тракту, а солі  $CaSO_4$  і  $MgSO_4$  зумовлюють твердість води і погіршують її органолептичні властивості - вода набуває гіркого присмаку. Вода, що містить велику кількість сульфатів і хлоридів, має підвищену корозійну активність.

Вміст сульфат-іонів у питній воді згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 не повинен перевищувати 250 мг/л.

**Проби води при визначенні сульфатів не консервують.**

### **8.2 Робота в лабораторії**

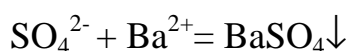
#### **Посуд, матеріали, реактиви**

1. Бюретка місткістю 25 мл.
2. Піпетки місткістю 50, 1 мл.
3. Конічна колба місткістю 250 мл.
4. Циліндри місткістю 2, 5 мл.
5. Стандартний 0,05 Н розчин трилону Б.
6. Амонійний буферний розчин (рН=9,2).
7. Стандартний розчин  $BaCl_2$  і  $MgCl_2$  (10 г  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  і 4 г  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  в 1 л води).

8. 10%-ний розчин  $BaCl_2$ .
9. 0,1 Н розчин  $HCl$ .
10. 0,1 Н розчин  $NaOH$ .
11. Індикатор метиловий червоний.
12. Індикатор еріохром чорний Т (0,5 г еріохрому чорного Т ретельно розтирають із 100 г  $NaCl$  ч.д.а.

#### 8.4 Якісне визначення сульфат-іонів

Якісне визначення сульфат-іонів базується на реакції осадження сульфат-іонів розчином хлориду барію:



**Хід визначення.** До 10 мл проби води додають 2-3 краплини 0,1 Н розчину хлороводневої кислоти та 0,5 мл 10%-вого розчину  $BaCl_2$ . При вмісті сульфатів 5-50 мг/л виникає опалесценція або слабке помутніння, при більшому вмісті сульфатів випадає осад.

#### 8.5 Кількісне визначення сульфат-іонів

Кількісно сульфат-іони визначають комплексометричним методом за допомогою трилону Б. Сутність методу полягає в тому, що до аналізованої води додають надлишок іонів  $Ba^{2+}$  (повільно додають розчин  $BaCl_2$ ). Частина іонів барію зв'язують сульфат-іони в нерозчинний осад  $BaSO_4$ . Іони  $Ba^{2+}$ , що залишилися в розчині, відтитровують стандартним розчином трилону Б, з яким іони барію утворюють комплексні сполуки. Вміст сульфат-іонів розраховують за різницею витрат трилону Б, який йде на зв'язування іонів барію, до і після осаджування сульфат-іонів. Оскільки досліджувана вода завжди містить іони  $Ca^{2+}$  і  $Mg^{2+}$ , які також утворюють комплексні сполуки з трилоном Б, то на присутність цих іонів потрібно ввести відповідні поправки.

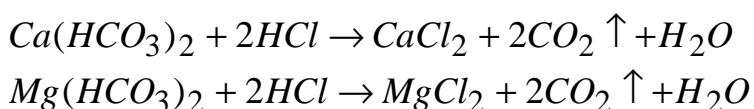
#### *Хід визначення сульфат-іонів*

**Дослід 1.** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **аналізованої** води і визначають загальний вміст іонів  $Ca^{2+}$  і  $Mg^{2+}$  у воді (загальна твердість води). Для цього до проби води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину (для створення і підтримки рН=9,2) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б ( $V_1$ ), витрачений на титрування проби води.

**Дослід 2 (холостий дослід).** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **дистильованої** води і піпеткою додають 1 мл стандартного

розчину  $BaCl_2$ , що містить іони магнію. Іони магнію потрібні для більш точного встановлення точки еквівалентності. Далі до води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину (для створення і підтримки  $pH=9,2$ ) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б ( $V_2$ ), витрачений на титрування проби води.

**Дослід 3.** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **аналізованої** води, додають 2-3 краплі розчину індикатора метилового червоного ( $pT= 5,5$ ) і підкисляють пробу води 0,1 Н розчином хлороводневої кислоти до появи червоного забарвлення. Колбу встановлюють на газовий пальник и кип'ятять 3-5 хв. від початку закипання. При цьому спостерігають, щоб протягом усього процесу кип'ятіння колір розчину залишався червоним. Якщо він стане блідим, або жовтим потрібно додати ще декілька краплин 0,1 Н розчину  $HCl$ . Присутність  $HCl$  потрібна для того, щоб гідрокарбонати кальцію та магнію перевести у добре розчинні хлориди кальцію та магнію, а кип'ятіння – для інтенсивного видалення  $CO_2$ , який утворюється в результаті реакцій:



Після кип'ятіння до розчину додають 1 мл стандартного розчину  $BaCl_2$ , що містить іони магнію і кип'ятять ще 10-15 сек. для більш повного осадження іонів  $SO_4^{2-}$  іонами  $Ba^{2+}$ . Далі розчин охолоджують 10 – 15 хв. і нейтралізують 0,1 Н розчином  $NaOH$  до появи жовтого кольору. Потім до води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б ( $V_3$ ), витрачений на титрування проби води.

Вміст сульфат-іонів (X) розраховують за формулою

$$X = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \cdot C_H \cdot M_E \cdot 1000}{V_4} \quad \text{мг/л,}$$

де  $C_H$  – нормальна концентрація трилону Б;

$M_E$  – молярна маса еквіваленту іонів  $SO_4^{2-}$ , що дорівнює 48 г/моль-екв;

$V_4$  – об'єм аналізованої води (50 мл).

## **Лабораторна робота № 9**

### **Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі аргентометрії**

#### **9.1 Самостійна підготовка**

##### **Запитання та задачі**

1. У чому сутність методу аргентометрії?
2. Які робочі розчини застосовують у методі аргентометрії?
3. Як готують робочі розчини, встановлюється їх точна концентрація?
4. Який індикатор застосовується в аргентометрії?
5. Застосування методу аргентометрії в аналізі води.

#### **9.2 Робота в лабораторії**

##### **Посуд, матеріали і реактиви:**

1. Піпетка місткістю 20, 25 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Конічна колба місткістю 250 мл.
4. Мірна колба місткістю 200, 250 мл.
5. NaCl, ч. д. а.
6. AgNO<sub>3</sub>, ч. д. а.
7. Насичений розчин хромату калію (індикатор).
8. Дистильована вода.

##### **9.2.1 Приготування 0,05Н розчину AgNO<sub>3</sub>**

В якості головного стандартного розчину в аргентометрії використовують розчин AgNO<sub>3</sub>. Нітрат срібла у водному розчині - нестійка речовина в наслідок перебігу окисно-відновних реакцій за участю Ag<sup>+</sup>-іонів, які є окисниками багатьох органічних домішок у воді. Тому розчин AgNO<sub>3</sub> готують за приблизною наважкою, а потім стандартизують за первинним стандартним 0,05 Н розчином NaCl.

Для приготування 0,05Н розчину AgNO<sub>3</sub> спочатку розраховують наважку, необхідну для виготовлення 1л розчину. Оскільки  $f(\text{AgNO}_3)=1$ , а  $M_z = 169,89$  г/моль, то наважка солі буде складати:

$$m(\text{AgNO}_3) = 169,89 \cdot 0,05 \cdot 1 = 8,494 \text{ г солі.}$$

Так як у продажі не буває хімічно чистої (х. ч.) AgNO<sub>3</sub>, робочі розчини солі срібла готують приблизної концентрації. 8 – 9 г нітрату срібла (зважені на технічних терезах) розводять в 1 л води, добре перемішують і зберігають у посудині з темного скла.

##### **9.2.2 Приготування стандартного розчину NaCl**

Спочатку розраховують наважку NaCl, необхідну для приготування 0,05Н розчину. Взявши на аналітичних терезах з точністю до 0,0002 г наважку NaCl, переносять її кризь лійку в мірну колбу на 1 л і розчиняють і воді. Розводять

дистильованою водою до позначки, щільно закривають колбу пробкою і старанно перемішують. За наважкою розраховують концентрацію отриманого розчину.

### 9.2.3 Визначення концентрації робочого розчину $\text{AgNO}_3$

Вливають у конічну колбу для титрування піпеткою певний об'єм 0,05Н розчину  $\text{NaCl}$  (20,00 – 25,00 мл). Додають 1 – 2 краплини індикатора  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  і титрують розчином  $\text{AgNO}_3$ , який приготували (див. 13.2.1) до отримання осаду бурого кольору. Колбу під час титрування ставлять на білий папір і збовтують. Титрування повторюють три рази. Відхилення результатів титрування не повинно перевищувати 0,1 мл. Результати титрування занотовують до наступної таблиці:

| Номер дослідів | Концентрація $\text{NaCl}$ | Об'єм $\text{NaCl}$ | Об'єм $\text{AgNO}_3$ | Концентрація $\text{AgNO}_3$ |
|----------------|----------------------------|---------------------|-----------------------|------------------------------|
| 1.             |                            |                     |                       |                              |
| 2.             |                            |                     |                       |                              |
| 3.             |                            |                     |                       |                              |

Обчислення нормальної концентрації робочого розчину  $\text{AgNO}_3$  ведуть за середнім об'ємом  $\text{AgNO}_3$ , що пішов на титрування:

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{C_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \text{ моль/л,}$$

- де  $C_{\text{AgNO}_3}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{AgNO}_3$ , моль/л;  
 $C_{\text{NaCl}}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{NaCl}$ , моль/л;  
 $V_{\text{AgNO}_3}$  – об'єм розчину  $\text{AgNO}_3$ , що пішов на титрування, мл;  
 $V_{\text{NaCl}}$  – об'єм розчину  $\text{NaCl}$ , взятий для титрування, мл.

## **Лабораторна робота № 10** **Визначення вмісту хлорид-іонів у воді методом Мора**

### **10.1 Самостійна підготовка**

#### **Запитання та задачі**

1. Які умови випадіння осадів?
2. Чим зумовлене використання  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  в якості індикатору в методі Мора?
3. Який порядок випадіння осадів при титруванні хлорид-іонів розчином нітрату срібла в присутності хромату калію.
4. Визначити концентрацію розчину  $\text{AgNO}_3$ , коли відомо, що на титрування 20 мл розчину, в 250 мл якого утримується 0,7312  $\text{NaCl}$ , витрачено 18,25 мл розчину  $\text{AgNO}_3$ .

5. Скільки іонів хлору утримується в воді (в мг/л), якщо на титрування 100 мл води витрачено 25 мл 0,05Н розчину  $\text{AgNO}_3$ . Чи можна використовувати цю воду для питних цілей?

6. Визначити, при якому значенні рН почнеться утворення осаду гідроксиду алюмінію із  $5 \cdot 10^{-2}$  М розчину хлориду алюмінію при дії NaOH, якщо  $\text{ДР}_{\text{Al(OH)}_3} = 1,0 \cdot 10^{-32}$ .

### Загальні положення

Хлорид-іони, внаслідок своєї високої розчинності, завжди присутні в природних водах. Вони зумовлюють солоність морських і океанічних вод, а за своїм вмістом у прісних водоймах хлориди посідають третє місце після гідрокарбонат – і сульфат-іонів.

Кількісно визначення хлорид-іонів здійснюють методом Мора, згідно з ГОСТ 4245-72.

## 10.2 Робота в лабораторії

### Посуд, матеріали, реактиви

1. Піпетки місткістю 100, 50, 10, 1 мл.
2. Бюретки місткістю 25 мл.
3. Колби конічні місткістю 250 мл – 2 шт.
4. Крапельниця з фенолфталеїном.
5. Колориметрична пробірка.
6. 0,05М розчин  $\text{AgNO}_3$ .
7. Суспензія гідроксиду амонію.
8. 5%- вий розчин  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ .
9. 10%- вий розчин  $\text{AgNO}_3$ .
10. 0,1М розчин NaOH і 0,1 н. розчин  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

## 10.3 Якісне визначення хлорид-іонів

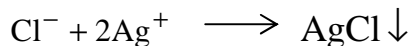
У колориметричну пробірку наливають 5 мл води і додають три краплини 10%– вого розчину нітрату срібла. Приблизний вміст хлорид-іонів визначають за характером осаду або каламутності у відповідності до вимог таблиці 10.1.

Таблиця 10.1 – Приблизне кількісне визначення хлорид-іонів

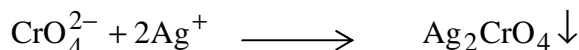
| Характеристика осаду або каламутності           | Вміст $\text{Cl}^-$ , мг/л |
|---|----------------------------|
| 1. Опалесценція або слабка каламутність         | 1 – 10                     |
| 2. Велика каламутність                          | 10 – 50                    |
| 3. Утворюються пластівці, осаджуються не одразу | 50 – 100                   |
| 4. Білий об'ємний осад                          | більш 100                  |

## 10.4 Кількісне визначення хлорид-іонів

Кількісне визначення хлорид-іонів здійснюють аргентометричним методом Мора, який ґрунтується на утворенні в нейтральному або слабко лужному середовищі ( $pH = 6 - 10$ ) малорозчинного осаду хлориду срібла ( $DP = 1,78 \cdot 10^{-10}$ )



Для встановлення кінця титрування використовують індикатор – хромат калію  $K_2CrO_4$ , який з надлишком іонів срібла утворює цеглисто-червоний осад хромату срібла ( $DP = 1,1 \cdot 10^{-12}$ )



Можливість титриметричного визначення хлоридів у присутності хромат-іонів пояснюється тим, що осад хлориду срібла менш розчинний, ніж осад хромату срібла

$$C_{AgCl} = [Ag^+] = \sqrt{1,78 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} ;$$

$$C_{Ag_2CrO_4} = [CrO_4^{2-}] = \sqrt[3]{1,1 \cdot 10^{-12} / 4} = 6,5 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} .$$

Очевидно, що бурий осад хромату срібла почне утворюватися тільки після того, коли повністю випаде осад хлориду срібла.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді з концентрацією понад 2 мг/л. Без додаткового розбавлення можна титрувати проби води з концентрацією хлоридів до 100 мг/л. Визначенню хлоридів заважають сульфіти, сульфіди та тіосульфати, які можна розкласти пероксидом водню в лужному середовищі. Фосфат – іони заважають при концентрації понад 25 мг/л, іони заліза – при концентрації більше 10 мг/л.

### Методика визначення

Якщо вода каламутна, її фільтрують крізь беззольний фільтр, промитий гарячою водою. Якщо вода має кольоровість вище  $30^0$ , пробу знебарвлюють додаванням гідроксиду амонію. Для цього до 200 мл проби додають 6 мл суспензії гідроксиду амонію і збовтують суміш до знебарвлення рідини. Потім пробу фільтрують крізь беззольний фільтр. Перші порції фільтру відкидають.

Залежно від результатів якісного визначення відбирають у конічну колбу 100 мл досліджуваної води (або менший її об'єм) і доводять до 100 мл дистильованою водою. Без розведення визначають хлориди в концентрації до 400 мг/л.  $pH$  проби води повинно бути в межах 6,5–10.

*Якщо  $pH$  води невідоме, то до проби води необхідно додати 2 краплини фенолфталеїну ( $pT = 9$ ). При появі рожевого забарвлення прилити по краплях 0,1 М розчин  $H_2SO_4$  до знебарвлення.*

*В разі відсутності забарвлення необхідно нейтралізувати пробу води 0,1 М розчином  $NaOH$  до появи рожевого забарвлення, що зникає при збовтуванні.*

Відміряний об'єм води вносять до двох конічних колб і додають по 1 мл розчину індикатора  $K_2CrO_4$ . Одну пробу титрують робочим розчином нітрату



срібла до зміни жовто-цитринного забарвлення на цеглисто-червоне, а другу використовують як контрольну пробу. При значному вмісті хлоридів утворюється осад  $\text{AgCl}$ , що заважає визначенню. В цьому випадку до відтитрованої першої проби додають 2–3 краплини титрованого розчину  $\text{NaCl}$  до зникнення цеглисто-червоного відтінку, потім титрують іншу пробу, користуючись першою як контрольною.

Вміст хлорид – іону  $X$  (ммоль/л) обчислюють за формулою

$$X = \frac{C(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})},$$

де  $C(\text{AgNO}_3)$  – молярна концентрація  $\text{AgCl}$  в робочому розчині, моль/л;

$V(\text{AgNO}_3)$  – об'єм розчину  $\text{AgCl}$ , витрачений на титрування, мл;

$M(\text{Cl}^-)$  – молярна маса хлорид – іона, що дорівнює 35,45 г/моль;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, взятий для титрування, мл.

Вміст хлорид – іону  $Y$  (мг/л) обчислюють за формулою

$$Y(\text{Cl}^-) = X(\text{Cl}^-) \cdot M(\text{Cl}^-),$$

де  $M(\text{Cl}^-)$  – молярна маса хлорид – іона, що дорівнює 35,45 г/моль;

Згідно з ДСанПіН 2.2.4-170-10 вміст хлорид-іонів у питній воді не повинен перевищувати 250 мг/л. Розбіжність між результатами повторних визначень при вмісті  $\text{Cl}^-$  від 20 до 200 мг/л – 2 мг/л, при більш високому вмісті – 2 відн. %.

## ***Лабораторна робота № 11***

### ***Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі перманганатометрії***

#### **11.1 Самостійна підготовка**

**Проробити розділи:** суть методу перманганатометрії, фактори еквівалентності окисників і відновників, окисно-відновні потенціали і напрямок окисно-відновних реакцій, робочі розчини методи та їх приготування.

#### ***Запитання та задачі***

1. Які робочі розчини використовуються в методі перманганатометрії і якої концентрації? Чи можна їх готувати за точною наважкою?

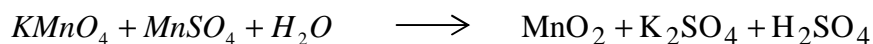
2. Що є індикатором у методі перманганатометрії і на чому ґрунтується його використання?

3. Які вихідні речовини використовують для визначення концентрації перманганату калію?

4. В якому середовищі проводять титрування методом перманганатометрії, чим це зумовлено? Для чого потрібне нагрівання?

5. Чи можна визначити концентрацію розчинів окисників методом перманганатометрії? Навести приклади.

6. Методом напівреакції розставити коефіцієнти і визначити фактори еквівалентності та еквівалентні маси окисників та відновників у таких реакціях:



7. Наважку  $\text{KMnO}_4$  1,87 г розчинили в воді та довели об'єм розчину до 500 мл. Обчислити приблизно нормальну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  в кислому середовищі.

8. Яку наважку  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  необхідно взяти для приготування 250 мл 0,02 Н розчину?

## 11.2 Робота в лабораторії

Для виконання роботи необхідно:

- приготувати приблизно 0,01Н розчин  $\text{KMnO}_4$  (готується заздалегідь);
- приготувати стандартний 0,01Н розчин щавлевої кислоти;
- визначити точну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  за щавлевою кислотою.

### Приготування ~ 0,01Н розчину $\text{KMnO}_4$

Розраховують наважку  $\text{KMnO}_4$ , необхідну для приготування 250 мл 0,01Н розчину. Розраховану наважку зважують на технічних терезах і переносять у склянку або колбу. Потім відміряють 250 мл води і приблизно половину її нагрівають до кипіння. Невеликими порціями гарячої води обробляють наважку  $\text{KMnO}_4$ , час від часу зливаючи розчин в іншу мірну склянку.

Коли вся наважка розчиниться, дають розчину охолонути, переливають у склянку місткістю 250 мл, туди ж додають залишки води. Нерозчинену частину наважки відкидають.

Розчин ретельно перемішують і залишають відстоюватися у темному місці 7 – 10 днів. Після чого починають визначення концентрації.

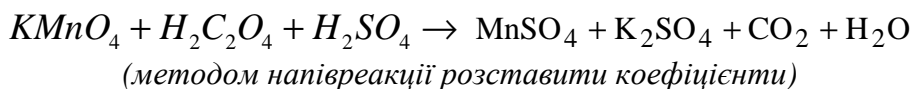
### Приготування стандартного 0,01Н розчину щавлевої кислоти

Розраховують наважку щавлевої кислоти  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , необхідну для приготування 250 мл 0,01Н розчину. Беруть наважку на аналітичних терезах у попередньо зваженому бюксі або на годинниковому склі. Переносять наважку в мірну колбу і розчиняють її 20 – 25 мл холодної дистильованої води, потім додають 15 – 20 мл гарячої води невеликими порціями. Після того, як уся наважка розчиниться, дають розчину охолонути, обережно доливають водою до мітки і добре перемішують. Обчислюють нормальну концентрацію отриманого розчину.

### **Визначення точної концентрації $\text{KMnO}_4$**

Заповнюють бюретку до верхнього меніску розчином  $\text{KMnO}_4$ , перед тим двічі ополіскуючи її розчином  $\text{KMnO}_4$ . До конічної колби відбирають піпеткою 20 – 25 мл 0,01 Н розчину щавлевої кислоти, додають до нього 10 – 15 мл 2Н розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і нагрівають до 75 – 80 °С, не доводячи до кипіння. Отриманий гарячий розчин щавлевої кислоти титрують розчином  $\text{KMnO}_4$ , додаючи його повільно по краплях доти, поки розчин у колбі не забарвиться у блідо-рожевий колір, що не зникає протягом 1 – 2 хвилин.

При цьому протікає така реакція:



Титрування з результатами, що збігаються і відрізняються не більш ніж на 0,1 мл, повторюють тричі; об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , що пішов на титрування, занотовують до журналу, визначають середнє значення і обчислюють нормальну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  за формулою

$$C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} = C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4},$$

де  $C_{\text{KMnO}_4}$  – нормальна концентрація робочого розчину перманганату калію, моль-екв/л;

$C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$  – нормальна концентрація стандартного розчину щавлевої кислоти, моль-екв/л;

$V_{\text{KMnO}_4}$  – об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , що пішов на титрування, мл;

$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$  – об'єм розчину щавлевої кислоти, взятий для титрування, мл.

## ***Лабораторна робота № 12***

### ***Визначення перманганатної окислюваності води методом Кубеля***

#### **12.1 Самостійна підготовка**

##### ***Запитання та задачі***

1. Що розуміють під окислюваністю води? Що таке часткова і повна окислюваність?
2. В яких одиницях вимірюється окислюваність води?
3. Яка окислюваність джерельної, артезіанської і річкової води? Яка окислюваність питної води?
4. Чому перманганатом калію неможливо визначити повну окислюваність води?

5. Для визначення перманганатної окислюваності взята проба води об'ємом 100 мл. Об'єм добавленого 0,01Н розчину  $\text{KMnO}_4$  становить 20 мл. Об'єм цього ж розчин, що пішов на титрування надлишків 0,01Н розчину щавлевої кислоти склав 5 мл. Об'єм долитого розчину щавлевої кислоти становить 20 мл. Визначити окислюваність води. Чи є ця вода придатною для питних цілей?

## 12.2 Робота в лабораторії

### *Посуд і реактиви:*

1. Колба конічна місткістю 250 мл.
2. Піпетка місткістю 100 мл.
3. Воронка.
4. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Стандартний 0,01Н розчин.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$
5. Робочий розчин  $\text{KMnO}_4$  (приблизно 0,01Н).
6. Розбавлений розчин  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:3). Додають при збовтуванні 1 об'єм концентрованої сірчаної кислоти ( $\rho=1,84 \text{ г/см}^3$ ) до 3 об'ємів дистильованої води.
7. Концентрований розчин  $\text{KMnO}_4$ , підкислений  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
8. Концентрований розчин  $\text{HCl}$ .
9. Скляні кульки або капіляри.

### Попередня обробка посуду

Щоб уникнути помилки, пов'язаної з випадковим забрудненням колби домішками, здатними до окислення, перед визначенням окислюваності води у колбу налити 100 – 150 мл концентрованого розчину перманганату калію, підкисленого сірчаною кислотою, закрити колбу лійкою і кип'ятити протягом 3–5 хвилин. Якщо на стінках колби з'являються коричневі плями  $\text{MnO}_2$ , то вміст колби злити знов у ту ж склянку, де знаходиться концентрований розчин  $\text{KMnO}_4$ , а колбу спочатку обробити концентрованою соляною кислотою, а потім дистильованою водою і знов кип'ятити з тим же розчином перманганату калію. Цю операцію повторити 2–3 рази, після чого ополоснути колбу дистильованою водою.

### Хід визначення перманганатної окислюваності води

1. У заздалегідь підготовлену конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води, додати 20 мл сульфатної кислоти (1:3) і долити з бюретки точно 20 мл 0,01 Н розчину  $\text{KMnO}_4$ . При цьому розчин повинен набути інтенсивного рожевого забарвлення. Колбу закрити лійкою і суміш кип'ятити 10 хвилин (починаючи з початку кипіння). Щоб не було бурхливого кипіння, в колбу можна вмістити скляні капіляри. Час кипіння повинен витримуватися точно. Під час кипіння спостерігати за забарвленням розчину. Якщо забарвлення рідини у процесі кип'ятіння помітно слабшає,

додати ще кілька мілілітрів 0,01Н розчину перманганату калію і знову кип'ятити. Необхідно домагатись такого стану, щоб при кип'ятінні інтенсивність забарвлення зберігалась. Якщо в процесі кип'ятіння розчин буріє, це свідчить про нестачу сульфатної кислоти. Кількість доданого перманганату калію записати в журнал.

До трохи охолодженого розчину (60–70 °С) долити з бюретки 20 мл 0,01Н щавлевої кислоти і перемішати рідину збовтуванням. Коли рідина знебарвиться і стане прозорою, знов її підігріти і надлишок доданої щавлевої кислоти відтитрувати тим же 0,01Н розчином  $\text{KMnO}_4$  до появи слабко-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 2–3 хвилин. Об'єм кислоти і перманганату калію записати в робочий журнал.

**2. Холостий дослід:** відбирають 100 мл дистильованої води і роблять з нею всі операції, які проводили з досліджуваною водою.

Розрахунок перманганатної окислюваності води (X) ведуть за формулою

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{\text{KMnO}_4} \cdot 8 \cdot 1000}{V} \quad \text{мг/л},$$

де  $V_1$  – загальний об'єм 0,01Н розчину  $\text{KMnO}_4$ , доданого до проби води при визначенні окислюваності води, мл;

$V_2$  – об'єм 0,01Н розчину  $\text{KMnO}_4$ , витрачений на окислення 20 мл 0,01Н розчину щавлевої кислоти в холостому досліді;

$V$  – об'єм проби води, мл;

$C_{\text{KMnO}_4}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{KMnO}_4$ , моль-екв/л;

8 – молярна маса еквіваленту кисню; г/моль.

Обчислення виконують з точністю  $\pm 0,1$  мг. Перманганатна окислюваність питної води не повинна перевищувати 2 мг/л  $\text{O}_2$ .

## **Лабораторна робота № 13**

### **Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі йодометрії**

#### **13.1 Самостійна підготовка**

##### **Запитання та задачі**

1. Які окислювально-відновні процеси лежать в основі методу йодометрії? Складіть електронні рівняння цих процесів.

2. Які робочі розчини застосовують для визначення відновників і окисників? Як готують ці розчини?

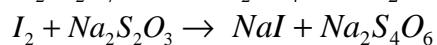
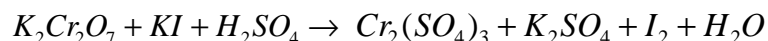
3. Які речовини застосовують для визначення концентрації тіосульфату натрію? Чому дорівнюють фактори еквівалентності тіосульфату натрію і йоду?

4. Назвіть умови, дотримання яких обов'язкове при йодометричних визначеннях.

5. Який індикатор застосовується при йодометричних визначеннях? Як його готують і в який момент при титруванні додають?

6. Чим відрізняється метод заміщення від методу прямого титрування в йодометрії?

7. Скласти рівняння окислювально-відновних реакцій:



Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників у цих реакціях.

8. Скільки мл 0,5Н розчину  $Na_2S_2O_3$  потрібно для титрування йоду, який виділиться при взаємодії 50 мл 0,2Н розчину  $KMnO_4$  з надлишком  $KI$  у присутності  $H_2SO_4$ ?

## 13.2 Робота в лабораторії

**Посуд, приладдя, реактиви:**

1. Терези аналітичні.
2. Бюкси, лійки, мірні колби місткістю 200 – 250 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Піпетки місткістю 15 – 20 мл.
5. Колби конічні для титрування.
6. Сульфатна кислота ( $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$ ), розбавлена 1 : 4.
7. 7%-вий розчин  $KI$ .

### 13.2.1 Приготування робочого розчину тіосульфату натрію

Розрахувати наважку  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  для приготування 0,02Н розчину об'ємом, який був заданий. Зважити її на технохімічних терезах, розчинити в темній склянці необхідної місткості і залишити стояти 7-10 днів у темному місці.

### 13.2.2 Приготування стандартного 0,02Н розчину $K_2Cr_2O_7$

Розрахувати наважку біхромату калію, необхідну для приготування 250 мл 0,02Н розчину  $K_2Cr_2O_7$ , зважити її на аналітичних терезах. Кількісно перенести наважку, яку взяли, до 250 мл мірної колби і розчинити в воді. Потім долити водою до позначки і добре перемішати. Розрахувати концентрацію виготовленого розчину.

### 13.2.3 Встановлення концентрації робочого розчину $Na_2S_2O_3$

**методом заміщення**

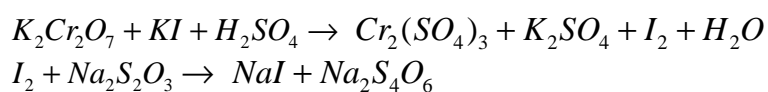
Наповнюють бюретку розчином  $Na_2S_2O_3$  і встановлюють рівень останнього на нулі. У велику конічну колбу наливають 5 – 7 мл 7%-вого розчину  $KI$  і 10 – 15 мл розчину  $H_2SO_4$  (1:4). До отриманої суміші, додержуючи всі правила, додають піпеткою 20 мл 0,02Н розчину  $K_2Cr_2O_7$ . Потім

накривають колбу годинниковим склом і дають постояти в темному місці 5-7 хвилин. Після цього годинникове скло знімають, ополіскують його над колбою, розводять виготовлений розчин до об'єму приблизно 200 мл дистильованою водою і розпочинають титрувати до світло-жовтого забарвлення, а потім додають 5 мл розчину крохмалю і продовжують титрування до знебарвлення.

Перевіряють точність титрування. Для цього до відтитрованого розчину додають одну краплину 0,02Н розчину  $K_2Cr_2O_7$ . Якщо розчин перетитрований, то повинно з'явитися стійке синє забарвлення.

Визначення повторюють кілька разів до отримання не менш, ніж три подібних результати, що різняться не більш як на 0,1 мл. Знаходять середнє значення об'єму і нормальну концентрацію.

Рівняння реакцій мають такий вигляд:



Методом напівреакцій розставити коефіцієнти. Обчислити фактори еквівалентності й молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників.

## ***Лабораторна робота № 14***

### ***Визначення розчиненого в воді кисню методом Вінклера***

#### **14.1 Самостійна підготовка**

##### ***Запитання та задачі***

1. Як потрапляє розчинений кисень до природної води?
2. Яке значення розчиненого кисню для життя вищих організмів у воді?
3. Від яких факторів залежить концентрація у воді розчиненого кисню?
4. Сутність йодометричного методу визначення розчиненого кисню.
5. Як характеризує розчинний кисень якість природних вод?
6. В яких одиницях виражають кількість розчиненого кисню в воді?

#### **14.2 Робота в лабораторії**

##### ***Посуд і реактиви:***

1. Колби місткістю 250 мл та 500 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Лійка з гумовою трубкою.
4. Піпетки місткістю 1 і 10 мл.
5. Лужний розчин KI:
  - а) 150 г KI розчиняють у 100 мл дистильованої води;
  - б) 500 г NaOH або 700 г КОН розчиняють у 500 мл дистильованої води;
  - в) обидва розчини змішують і доводять об'єм до 1 л.

6. 0,5 %-вий розчин крохмалю.
7. Розчин  $\text{MnCl}_2$  або  $\text{MnSO}_4$  (зважують 425 г  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  або 480 г  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , розводять у дистильованій воді і доводять до 1 л).
8. Розчин сульфатної кислоти  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4).

### Хід визначення

Перед безпосереднім визначенням відкалібрувати кисневу склянку. Для цього зважити на технічних терезах з точністю до 0,01 г порожню склянку з пробкою, а потім заповнену по вінця дистильованою водою. Різниця ваги дає вагу дистильованої води та її об'єм.

У відкалібровану склянку певної ємкості за допомогою лійки з гумовою трубкою, яка опущена на дно, обережно налити по вінця досліджувану воду, таким чином, щоб на внутрішній поверхні не залишилося пухирців повітря. Занурюючи піпетку до половини склянки, долити по 1 мл розчину хлориду або сульфату марганцю і розчину лужної суміші ( $\text{KOH} + \text{KI}$ ). Закрити склянку пробкою. При цьому частина води (2 мл) буде витиснута із склянки пробкою. На дні склянки утворюється білий осад  $\text{Mn}(\text{OH})_2$ . Вміст склянки старанно перемішати і поставити склянку для відстоювання утвореного осаду не менш, ніж на 10 хв. За цей час під дією кисню води білий осад  $\text{Mn}(\text{OH})_2$  буріє в результаті утворення  $\text{MnO}_2$ . Потім пробу підкислюють, додаючи піпеткою 3 мл розчину сульфатної кислоти (1:4). Піпетку спочатку занурюють майже до поверхні осаду і в міру витікання розчину її повільно піднімають так, щоб осад не скамутився. При цьому бурий осад  $\text{MnO}_2$  розчиняється, а розчин в наслідок утвореного йоду стає жовтого кольору. Суміші дають постояти в темному місці 5 – 7 хвилин. Потім розчин переливають у чисту конічну колбу місткістю 500 мл і негайно титрують 0,02Н розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення. Додають 1 мл 0,5 %-вого розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього кольору.

Вміст розчиненого кисню ( $C_X$ ) обчислюють за формулою

$$C_X = \frac{C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot 8 \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}} - 2} \quad \text{мг О/л,}$$

де  $C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  – нормальна концентрація тіосульфату натрію, моль-екв/л;

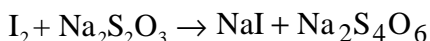
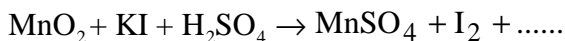
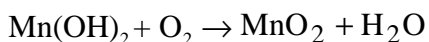
$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  – об'єм розчину  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , витрачений на титрування, мл;

8 – молярна маса еквіваленту кисню, г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$  – об'єм проби води, мл;

2 – об'єм води, яка вилілась при фіксації розчиненого кисню, мл.

Методом напівреакцій розставити коефіцієнти у всіх наступних рівняннях:





Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окисників та відновників.

Ступінь насичення води киснем (%) визначають за формулою

$$O_2 = \frac{C_x \cdot 100}{C_0},$$

де  $C_x$  – рівноважна концентрація кисню в мг О/л при температурі води, взятої для аналізу, та атмосферного тиску 760 мм рт.ст.

Величину  $C_0$  для різних температур обчислюють за формулою:

$$O_2 \text{ (мг/л)} = 4,505 \cdot 10^{-3} \cdot t^2 - 3,716 \cdot 10^{-1} \cdot t + 14,650$$

## ***Лабораторна робота № 15***

### ***Визначення вмісту вільного залишку хлору у воді***

#### **15.1 Самостійна підготовка**

##### ***Запитання та задачі***

1. Які методи використовують для знезараження природної води на станціях водопідготовки?
2. В яких реакціях бере участь хлор у процесі хлорування природної води?
3. Що таке хлоропоглинання води і від яких факторів залежить його величина?
4. На чому ґрунтується бактерицидна дія вільного залишкового хлору в воді?
5. Що таке показник хлорованості води і як його величина характеризує ступінь забруднення домішками природної води?
6. Чому дорівнює показник хлорованості води, якщо для забезпечення вмісту вільного залишкового хлору у воді на рівні 0,5 мг/л після її хлорування протягом 30 хвилин потрібна доза введенного хлору 1,42 мг/л?

#### **15.2 Робота в лабораторії**

##### ***Посуд та реактиви:***

1. Конічна колба місткістю 200 мл – 6 шт.
2. Фарфорова чашка випарювальна місткістю 200 мл.
3. Піпетка місткістю 100 мл.
4. Вимірювальна піпетка місткістю 0,1 – 1 мл.
5. Хлорна вода з вмістом вільного залишкового хлору 0,1 мг/л.
6. Розчин соляної кислоти 0,5М.
7. 0,005%-вий розчин метилоранжу

### Призначення методу

Найбільш розповсюдженим методом знезараження природної води є хлорування, що призводить до окислення і руйнування речовин, які входять до складу протоплазми клітин бактерій.

При цьому більша частина хлору, що називається хлоропоглинанням, витрачається на окислення органічних і мінеральних домішок води і лише незначна його частина йде на руйнування бактеріальних клітин.

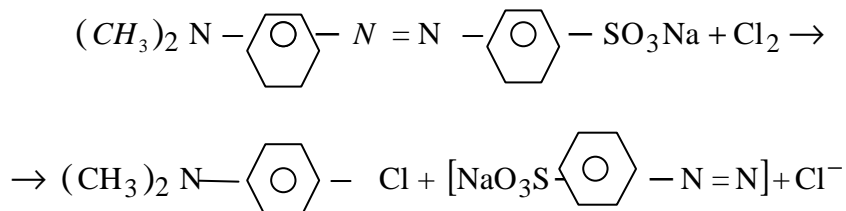
Ступінь завершення реакцій окислення домішок, швидкість яких взагалі різна і визначається, перш за все, хімічною природою домішок, залежить як від тривалості контакту хлору з водою, так і від дози введенного хлору. Тому для порівняльної оцінки хлоропоглинання при різних початкових дозах хлору використовують однакову тривалість хлорування води.

Встановлено, що для збереження бактерицидних властивостей протягом тривалого часу, концентрація вільного залишкового хлору в воді після 30-хвилинного контакту має бути не нижча 0,5 мг/л. Величина, обернена дозі введенного хлору, що забезпечує вміст залишкового хлору 0,5 мг/л, називається показником хлорованості води. Тобто, чим чистіша природна вода, тим більший показник хлорованості.

Показник хлорованості залежить від численних факторів, вплив яких апріорі оцінити неможливо, тому достовірні значення його можна визначити лише експериментальним шляхом, що є метою даного методу.

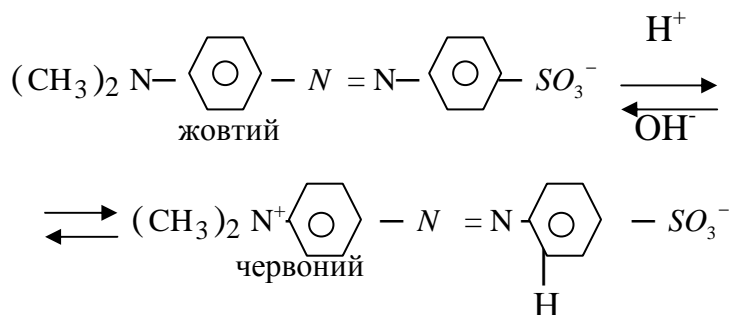
### Сутність методу

Метод ґрунтується на окисненні вільним хлором метилоранжу (парадиметиламіно-азобензолсульфонокислого натрію):



Ця реакція характерна для взаємодії між метилоранжем та хлором, тоді як у хлорамінів окислювальний потенціал недостатній для руйнування метилоранжу.

При досягненні точки еквівалентності в процесі титрування хлорованої води метилоранжем з'являється червоне забарвлення, характерне для цього індикатора в кислому середовищі:



### Хід визначення

У шість конічних колб вносять піпеткою по 100 мл досліджуваної води і послідовно до кожної з інтервалом 5 хв. доливають піпеткою хлорну воду з вмістом активного хлору 0,1 мг/л у кількостях, зазначених у таблиці 1.

Таблиця 1

| Показники  | Номер колби |     |     |     |     |     |
|--|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|
|  | 1           | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   |
| Об'єм хлорної води, мл   | 0,5         | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 |
| Доза введенного хлору, що відповідає цьому об'єму хлорної води, мг/л | 0,5         | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 |

Колби збовтують і закривають пробками. Оскільки тривалість обробки води хлором у всіх колбах повинна дорівнювати 30 хв., то через 5 хвилин після доливання хлорної води в останню шосту колбу починають визначення залишкового хлору в першій колбі. У кожній наступній колбі залишковий хлор визначають з інтервалом у 5 хвилин.

Методика визначення вільного залишкового хлору у воді відповідає ДОСТу 18190-72. У фарфорову чашку відбирають з колби піпеткою пробу води об'ємом 100 мл, додають 2 – 3 краплини 5М розчину хлоридної кислоти і при перемішуванні швидко титрують 0,005% розчином метилоранжу до появи незникаючого рожевого забарвлення.

У разі відсутності 0,005% розчину метилоранжу його заздалегідь готують шляхом розчинення 50 мг метилоранжу в дистильованій воді в мірній колбі і доведення об'єму розчину дистильованою водою до 1 л. 1 мл цього розчину відповідає 0,0217 мг вільного хлору.

Вміст вільного залишкового хлору  $X$  обчислюють за формулою

$$X = \frac{(0,04 + V_2 \cdot 0,0217) \cdot 1000}{V_1} \text{ мг/л,}$$

де 0,04 – емпіричний коефіцієнт;

$V_2$  – об'єм 0,005%-го розчину метилоранжу, витраченого на титрування, мл;

0,0217 – титр розчину метилоранжу;

$V_1$  – об'єм води, взятий для аналізу, мл.

Результати визначення вмісту вільного залишкового хлору вносять до таблиці 2.

Таблиця 2

| Номер колби | Доза введенного хлору, мг/л | Вміст вільного залишкового хлору, мг/л |
|-------------|-----------------------------|--|
| 1           | 0,5                         |  |
| 2           | 1,0                         |  |
| 3           | 1,5                         |  |
| 4           | 2,0                         |  |
| 5           | 2,5                         |  |
| 6           | 3,0                         |  |

За даними таблиці 2 будують графік, що ілюструє хлоропоглинання, взятої на аналіз води – залежність залишкового хлору від дози введенного хлору

За графіком визначають дозу введенного хлору  $X_1$ , що забезпечує концентрацію вільного залишкового хлору у воді 0,5 мг/л і обчислюють показник хлорованості води  $P_{ХЛ}$  за формулою

$$P_{ХЛ} = \frac{1}{X_1}, \text{ л/мг}$$

За величиною отриманого показника хлорованості роблять висновок про ступінь забрудненості води різними домішками і встановлюють оптимальну дозу введенного хлору.

*Навчальне видання*

## МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт  
з дисципліни

## АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

*(для студентів 1-2 курсів денної та заочної форм навчання  
за напрямом підготовки 6.060103 – Гідротехніка (водні ресурси))*

Укладачі: **МУРАЄВА** Ольга Олексіївна,  
**ЗАЙЦЕВА** Інна Сергіївна,  
**ПАНАЙОТОВА** Тетяна Дмитрівна

Відповідальний за випуск *О. О. Мураєва*

За авторською редакцією

Комп'ютерне верстання *О. О. Мураєва*

Комп'ютерне верстання *І. В. Волосожарова*

План 2015, поз. 124 М

---

Підп. до друку 19.11.2015

Формат 60 x 84/16

Друк на ризографі

Ум. друк. арк. 3,1

Зам. №

Тираж 50 пр.

Видавець і виготовлювач:

Харківський національний університет  
міського господарства імені О. М. Бекетова,  
вул. Революції, 12, Харків, 61002

Електронна адреса: [rectorat@kname.edu.ua](mailto:rectorat@kname.edu.ua)

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи:

ДК № 4705 від 28.03.2014 р.